

PUBLICATIONS DE L'UNIVERSITE DE NANCY
COLLECTION DES THESES DE LA FACULTE DES SCIENCES
SCIENCES PHYSIQUES

PREMIÈRE THÈSE

**Influence de l'évolution, au cours du refroidissement
par trempe, de la température pariétale de
l'éprouvette sur la nature du contact métal-milieu
de trempe et sur le mécanisme des échanges
thermiques.**

DEUXIÈME THÈSE

Elaboration et purification de l'indium

présentées à la Faculté des Sciences de l'Université de Nancy
pour obtenir le grade de Docteur-ès-Sciences Physiques

par

Gérard BECK

Licencié ès-Sciences-Physiques
Attaché de Recherches au C.N.R.S.

Soutenues le 4 Mai 1968, devant la Commission d'Examen

JURY :

Invités : M. le Professeur Georges CHAUDRON, Membre de l'Institut,
Président de la soutenance

M. le Professeur André MICHEL

Membres du Jury : M. le Doyen Jacques AUBRY,

Président

MM. les Professeurs René FAIVRE

Jean GOSSE

François DAVOINE

} Examinateurs

1968



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41555002_0004

LOUDART & CLÉMENT

RELIEURS

11, Rue Sainte-Anne, 11
Tél. 52.80.09 -- NANCY

PREMIÈRE THÈSE

Influence de l'évolution, au cours du refroidissement
par trempe, de la température partielle de
l'éprouvette sur la nature du contact métal-milieu
de trempe et sur le mécanisme des échanges
thermiques.

DEUXIÈME THÈSE

Elaboration et purification de l'indium

présentées à la Faculté des Sciences de l'Université de Nancy
pour obtenir le grade de Docteur-ès-Sciences Physiques

par

Gérard BECK

Licencié ès-Sciences Physiques
Attaché de Recherches au C.N.R.S.

Soutenues le 4 Mai 1968, devant la Commission d'Examen



JURY

Invités : M. le Professeur GÉORGES CHAUDRON, Membre de l'Institut,
Président de la soutenance

M. le Professeur André MICHEL

Membres du Jury : M. le Docteur Jacques AUBRY,
MM. les Professeurs René TAIVRE
Jean GOSSE
François DAVOINE
Examineurs
Président

ANNEE SCOLAIRE 1967 - 1968

Doyen : M. AUBRY

Assesseur : M. GAY

Doyens honoraires : MM. CORNUBERT - DELSARTE - ROUBAULT

Professeurs honoraires : MM. RAYBAUD - LAFFITTE - LERAY - JULY - LAPORTE - EICHHORN - GODEMENT - DUBREUIL - L. SCHWARTZ - DIEUDONNE - DE MALLEMANN - LONGCHAMBON - LETORT - DODE - GAUTHIER - GOUDET - OLMER - CORNUBERT - CHAPPELLE - GUERIN - WAHL

Maîtres de conférences honoraires : MM. LIENHART - PIERRET

Professeurs

MM. DELSARTE	Analyse Supérieure	CHAPON	Chimie biologique
ROUBAULT	Géologie	HEROLD	Chimie miné. indus.
CAPELLE	Mécanique rationnelle	SCHWARTZ B.	Exploitation minière
VEILLET	Biologie animale	*MALAPRADE	Chimie
BARRIOL	Chimie théorique	MANGENOT	Botanique
BIZETTE	Physique	GAYET	Physiologie
GUILLIEN	Electronique	HADNI	Physique
GIBERT	Chimie Physique	*BASTICK	Chimie
LEGRAS	Mécanique rationnelle	DUCHAUFOR	Pédologie
BOLFA	Minéralogie	GARNIER	Agronomie
NICLAUSE	Chimie	NEEL	Chimie org.indus.
FAIVRE	Physique appliquée	BERNARD	Géologie appliquée
AUBRY	Chimie minérale	*CHAMPIER	Physique
COPPENS	Radiogéologie	*GAY	Chimie biologique
DUVAL	Chimie	STEPHAN	Zoologie
FRUHLING	Physique	*CONDE	Zoologie
HILLY	Géologie	*WERNER	Botanique
LE GOFF	Génie chimique	EYMAR	Calcul dif. & int.
SUHNER	Physique expérimentale	LEVISALLES	Chimie organique

Mme HERVE	Méthodes mathématiques de la physique
MM. FELDEN	Physique
*GOSSE	Mécanique physique
*DAVOINE	Physique (E.N.S.M.I.M.)
HORN	Physique 1er cycle
*ROCCI	Géologie
Mme LUMER	Mathématiques

N.....	Chimie biologique
N.....	Mécanique appliquée

* Professeur titulaire à titre personnel

Maîtres de conférences

Mme BASTICK	Chimie P.C. Epinal
MM. GUDEFIN	Physique
VUILLAUME	Psychophysiologie
FRENTZ	Biologie animale
MARI	Chimie (I.S.I.N.)
AUROUZE	Géologie
DEVIOT	Physique du solide
FLECHON	Physique P.C.
Mlle HUET	Mathématiques C.B.G.
VIGNES	Métallurgie
BALESDENT	Thermodynamique chimique appliquée (ENSIC)
BLAZY	Minéralogie appliquée (ENSG)
JANOT	Physique P.C. Epinal
JACQUIN	Pédologie et chimie agricoles
MAINARD	Physique P.C.
CACHAN	Entomologie appliquée (ENSA)
MARTIN	Chimie P.C.
PAULMIER	Mécanique expérimentale
PROTAS	Minéralogie
JOZEFOWICZ	Physico-chimie
JURAIN	Géologie C.B.G.
RIVAIL	Génie chimique
VILLERMAUX	Génie chimique
METCHE	Biochimie appliquée (Brasserie)
PAIR	Mathématiques appliquées
BAUMANN	Physique 1er cycle
DURAND	Physique
GRANGE	Physique (ISIN)
N.....	Mécanique des fluides (ISIN)
N.....	Mécanique (ISIN)
N.....	Probabilités et statistiques
N.....	Mathématiques
N.....	Mathématiques P.C.
N.....	Mathématiques C.B.G.
N.....	Physiologie animale
N.....	Mathématiques M.P.
N.....	Exploitation minière (ENSMIM)

A Mon Maître, Monsieur le Professeur René FAIVRE
En Hommage respectueux et reconnaissant

A la Mémoire de Monsieur Roland BIGOT
Maître de Conférences à la Faculté des Sciences de Nancy.

A Mes Parents

A Ma Femme

A Mon Fils

INTRODUCTION

Le forgeron de l'Antiquité refroidissait rapidement, en les plongeant dans un liquide, les objets qu'il travaillait de manière à les manipuler ensuite sans perte de temps ni risque de brûlure. Ce n'est qu'à l'époque galloromaine que sont apparues, avec la nitruration et la cémentation, les véritables structures de trempe.

Dans son Histoire naturelle, Pline l'Ancien, note l'influence de l'origine des eaux utilisées dans la trempe du fer, plus ou moins carburé.

Des objets fabriqués au Xème siècle semblent avoir été trempés avec une certaine maîtrise de cette technique. Les carnets des ingénieurs du Moyen Age décrivent, de façon tout à fait correcte, les procédés de trempe auxquels Agricola (24) donnera toute la diffusion permise par l'Imprimerie naissante dans son ouvrage qui est le premier traité de Métallurgie publié.

Ce développement technologique des traitements de trempe des métaux et alliages et, plus particulièrement, des aciers a donc précédé de plusieurs siècles la connaissance scientifique précise des phénomènes qui se déroulent dans le métal, dans le milieu

de trempe et surtout, à la surface de contact entre ces deux milieux. Cet état de fait tient surtout à l'absence à la fois des moyens expérimentaux permettant de mettre en évidence et de décrire les phénomènes éphémères, mais combien importants, qui se produisent à l'interface métal-milieu de trempe et d'une théorie thermocinétique satisfaisante conduisant à l'analyse et à l'interprétation de ces phénomènes.

C'est Leidenfrost qui, en 1766 (1) a, pour la première fois, décrit correctement les deux modes de vaporisation de l'eau et mis en évidence, de façon claire, la transition de l'un à l'autre, qu'il relie à la température de la paroi sur la surface de laquelle ce phénomène se produit. En 1934, Nukiyama (2) a donné à ces notions un support quantitatif en les appliquant au cas très particulier des échanges de chaleur, en régime permanent, entre un métal et de l'eau en ébullition. En fait, ce sont les idées développées par ces deux auteurs que nous avons repises en essayant de les appliquer au cas de la trempe des métaux, où les échanges de chaleur se font en régime non permanent.

Les études expérimentales que d'éminents métallurgistes, comme Osmond, Henry Le Châtelier, Benedicks, Portevin, ont consacré à la trempe de l'acier se sont orientées vers la connaissance approfondie des modifications physiques, mécaniques et structurales que subit le métal au cours de la trempe, plutôt que vers l'analyse précise des processus d'échange de chaleur entre le métal et le milieu de trempe, à cause de l'insuffisance de leurs moyens expérimentaux dans le domaine de l'enregistrement des phénomènes très rapides.

Ce fut la chance de Roland BIGOT d'entreprendre ses recherches à l'époque même où les progrès de l'électronique ont permis la réalisation d'amplificateurs de tension continue stables qui permettent les gains de l'ordre de $\times 2.000$ que nécessite l'enregis-

trement précis des variations rapides de température par le système couple thermoélectrique-tube cathodique (3) (4). Il a pu ainsi apporter des documents expérimentaux extrêmement précieux qui permettent, en particulier, de définir clairement les lois de refroidissement de trempe (5) et poser les premières bases de l'interprétation thermocinétique des phénomènes. C'est avec beaucoup d'émotion que j'évoque sa mémoire. Je n'oublierai jamais la part importante qu'il a prise à ma formation de chercheur et la gentillesse avec laquelle il a, malgré la maladie, dirigé mes premiers pas dans la recherche scientifique et même, dans l'enseignement de la métallurgie.

Nous exprimons également nos remerciements les plus vifs à notre Maître, Monsieur le Professeur René FAIVRE, Directeur du Laboratoire de Physique de l'Etat Métallique, pour les conseils éclairés qu'il nous a prodigués au cours de cette étude et pour l'aide inappréciable qu'il nous a apportée lors de sa mise au point, et à notre parrain au C.N.R.S., Monsieur le Professeur André MICHEL, Directeur du Centre d'Etudes de Chimie métallurgique du CNRS, pour son appui bienveillant pendant toute la durée de nos recherches et pour la gentillesse avec laquelle il a accepté de venir à Nancy et de faire partie de notre Jury d'examen.

Nous tenons à remercier tout spécialement Monsieur le Professeur Georges CHAUDRON, Membre de l'Institut, auquel nous devons une très grande reconnaissance. Nous avons tout d'abord très largement bénéficié de la formation qu'il a donnée à notre Maître, le Professeur FAIVRE. Il a bien voulu présenter à l'Académie des Sciences des Notes qui exposaient les points les plus importants de notre travail. Enfin, nous sommes particulièrement sensible à l'honneur qu'il nous a fait, en acceptant d'examiner notre travail et de prendre la présidence effective de notre soutenance de thèse.

Nous sommes également infiniment reconnaissant à Monsieur le Doyen Jacques AUBRY pour l'intérêt qu'il a bien voulu apporter à notre travail, l'amabilité avec laquelle il a accepté la présidence officielle de notre Jury et le choix qu'il a bien voulu faire de notre second sujet de thèse.

Nous n'aurons garde d'oublier dans nos remerciements Monsieur le Professeur Jean GOSSE, Directeur de l'Ecole Nationale Supérieure d'Electricité et de Mécanique, dont la connaissance très approfondie des phénomènes thermocinétiques nous est particulièrement précieuse, et Monsieur le Professeur François DAVOINE, Directeur de l'Ecole Nationale Supérieure de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines, pour son bienveillant intérêt et sa participation à la constitution de notre Jury de thèse.

Nous n'oublions ni l'aide efficace de tous nos camarades chercheurs et techniciens de laboratoire, en particulier Monsieur HENNINGER, ni l'intéressante documentation que Monsieur GARILLOT nous a procurée, ni la participation de Madame NOBLE, de Messieurs Bernard COLLERET, Jean-Claude VIGNERON et Bernard PARIS à la mise en forme et à la présentation de notre mémoire.

NOTATIONS

- α - coefficient de dilatation
- c - chaleur massique
- C - point situé au centre de l'éprouvette
- D - diamètre d'une éprouvette
- E - effusivité ou coefficient d'arrachement thermique
- e - épaisseur du film de caléfaction
- h - coefficient de passage
- I - type de loi de refroidissement $\frac{d\theta}{dt} = f(t)$, ou $\varphi(\theta)$, intermédiaire entre les lois de type M et P
- K - vitesse constante de refroidissement
- L_i - température pariétale, limite inférieure du domaine transitoire de vaporisation de l'eau
- L_s - température pariétale, limite supérieure du domaine transitoire de vaporisation de l'eau
- λ - conductivité thermique
- M - point voisin de la surface d'un cylindre dont on mesure la température
- M - type de loi de refroidissement $\frac{d\theta}{dt} = f(t)$ ou $\varphi(\theta)$, avec un simple maximum, en l'absence d'un régime de caléfaction
- μ - viscosité du liquide
- N - point situé au milieu d'un rayon d'une éprouvette cylindrique
- P - type de loi de refroidissement $\frac{d\theta}{dt} = f(t)$ ou $\varphi(\theta)$, qui présente un palier caractéristique d'un régime de caléfaction
- Q - quantité de chaleur
- R - rayon d'une éprouvette cylindrique
- r - distance entre l'axe d'une éprouvette cylindrique et un point quelconque
- ρ - masse volumique
- S - surface de l'éprouvette

- T_i - température initiale de trempe θ_o qui donne, lors du contact avec le liquide $\theta_{ci} = L_i$
 T_s - température initiale de trempe θ_o qui donne, lors du contact avec le liquide $\theta_{ci} = L_s$
 θ_C - température au centre de l'éprouvette
 θ_{ci} - température pariétale de contact initial
 θ_L - température du liquide
 θ_M - température du point M, voisin de la surface
 θ_o - température initiale de trempe
 θ_S - température de la surface (ou pariétale)
 t - temps
 t_i - durée du régime initial
 $\Delta\theta_M^C$ - écart de température mesuré entre le point M et le point C
 $\Delta\theta_S^C$ - écart de température entre le centre et la surface.

CHAPITRE I

BASES EXPERIMENTALES ET THEORIQUES

L'originalité de notre travail, sur le plan expérimental, repose sur l'application systématique d'une méthode différentielle qui nous permet d'enregistrer les variations, en fonction du temps, de la différence $\Delta\theta = \theta_C - \theta_M$ entre la température θ_C au centre de l'éprouvette de trempe et la température θ_M en un point M situé aussi près que possible de la surface.

Cette méthode est évidemment très sensible à toute variation des conditions de refroidissement de la surface. Cependant, lorsque nous désirons connaître de façon précise la température pariétale à l'instant initial, nous sommes obligé d'avoir recours à la théorie de la chaleur et, notamment, à la notion de température de contact brusque θ_{Ci} entre deux milieux s'étendant à l'infini de part et d'autre de — leur surface de contact.

Nous sommes parvenus à établir un certain nombre de ponts entre les résultats que donnent ces deux méthodes et à justifier ainsi notre hypothèse de base qui est que les deux milieux

mis en contact peuvent être considérés comme illimités tant que le signal thermique qui les traverse n'est pas parvenu à la frontière de l'un ou de l'autre.

I - METHODE EXPERIMENTALE

Si l'on veut définir de façon précise la loi de refroidissement d'une éprouvette trempée, on se heurte immédiatement au problème des gradients de température dans le métal. Ces gradients varient en fonction du temps. Il en résulte que chaque point de l'éprouvette possède une loi de refroidissement qui lui est propre. La plupart des auteurs qui ont abordé ce problème se sont placés dans des cas particuliers, par exemple dans celui du refroidissement relativement lent auquel conduit la trempe à l'air, et ont assimilé la loi de refroidissement de l'éprouvette à celle du point dont on enregistre les variations de température. Le point ainsi choisi est généralement le centre de l'éprouvette.

Cette méthode présente l'inconvénient d'être insensible aux phénomènes superficiels qui ne sont détectés qu'après une importante altération, qui se traduit surtout par un amortissement dû à "l'effet écran" (4) de la masse métallique séparant la surface du point dont la température est enregistrée. P. Vernotte (6) qualifie cet "effet écran" de "transformation profonde que les signaux thermiques subissent dans les milieux matériels". En particulier, les régimes de refroidissement de brève durée peuvent passer inaperçus : c'est ainsi que l'on enregistre par ce procédé, cependant classique, une loi de refroidissement de type M^* (5) alors que la surface subit en réalité un refroidissement de type I^* ou P^* . Si, au contraire, on enregistre les écarts de température entre le centre de l'éprouvette et un point situé aussi près que possible de la

* voir la liste des symboles à la fin de l'Introduction.

surface, l'apparition fugitive d'un film de caléfaction se traduit par un palier observable sur la courbe de variations de $\Delta\theta_M^C$ en fonction du temps.

En effet, si on applique la loi de Fourier au passage de la chaleur à travers une surface normale à l'axe Ox , on écrit :

$$\frac{\phi}{S} = - \lambda \left(\frac{d\theta}{dx} \right)_S$$

A la surface de l'éprouvette, il existe un coefficient h de passage de la chaleur entre celle-ci et le liquide, coefficient qui est défini par la loi de Newton :

$$\frac{\phi}{S} = h(\theta_S - \theta_L)$$

θ_S est la température de la surface de l'éprouvette et θ_L la température du liquide.

Si on égale les deux relations ci-dessus, on peut écrire :

$$\left(\frac{d\theta}{dx} \right)_S = - \frac{h}{\lambda_S} (\theta_S - \theta_L)$$

Il en résulte que le gradient de température dans le métal est lié directement au coefficient de passage h et que toute modification de ce dernier entraîne une variation de l'écart de température que l'on mesure entre la surface et le centre de l'éprouvette. Cette méthode permet donc d'apprécier, avec plus de sensibilité, les variations du coefficient de passage h . Elle permet de définir, de la même façon que la courbe $\frac{d\theta}{dt} = f(\theta)$, les trois types $\underline{M}$, $\underline{I}$ ou $\underline{P}$ (5) de lois de refroidissement.

On peut illustrer l'ensemble de ces considérations en comparant les deux courbes de la figure I.1, tracées dans les mêmes conditions de refroidissement à partir de la même éprouvette en nickel.

L'appareil de trempe mis au point par R. Bigot (4) convenait sensiblement aux conditions de travail imposées par notre étude. Après en avoir très brièvement rappelé le principe, nous indiquons les quelques modifications que nous lui avons apportées puis nous insistons sur les conditions particulières dans lesquelles nous l'avons utilisé, surtout en ce qui concerne la mesure et l'enregistrement des températures.

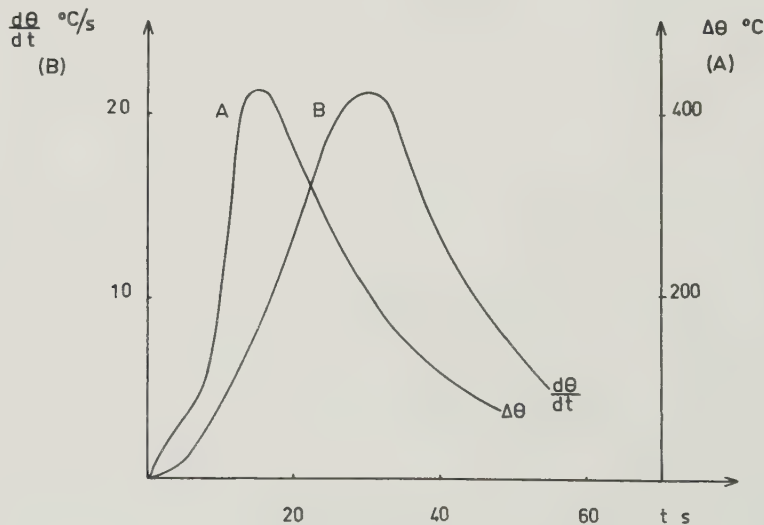


FIGURE I.1

Trempe dans de l'eau pure, prise à 20°C, d'une éprouvette en nickel de $\phi = 60$ mm et $h = 180$ mm, depuis $\theta_0 = 650^\circ\text{C}$.

A - Variations, en fonction du temps, de l'écart de température mesuré entre le centre et un point situé à 1,5 mm de la surface. La courbe est du type I.

B - Variations, en fonction du temps, de la vitesse de refroidissement du centre de l'éprouvette. La courbe est du type M.

I.1 Dispositif de trempe

I.1.1 Four de chauffage et bac de trempe

Il est indispensable de pouvoir tremper l'éprouvette rapidement, c'est-à-dire de substituer le bac de trempe au four en un temps aussi court que possible. Il faut évidemment éviter toute secousse, soit au liquide de trempe, soit à l'éprouvette. D'autre part, il faut parfois éviter l'oxydation superficielle de la pièce. Nous devons alors procéder à un chauffage sous vide en ménageant la possibilité de rétablir, au moment de la trempe, une pression de gaz inerte égale à la pression atmosphérique.

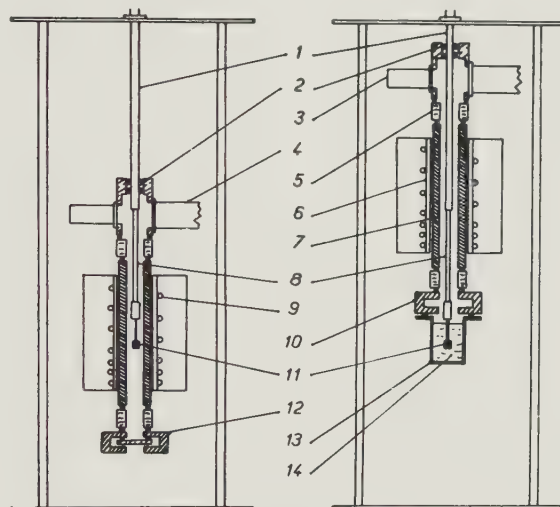


FIGURE I.2

Four de trempe Bigot.

A - Position de chauffage de l'éprouvette

B - Position de trempe

1 : tige support de l'éprouvette - 2 : passage étanche -
3 : jauge de mesure du vide - 4 : sortie vers le groupe
de pompage - 5 : embout du tube laboratoire - 6 : résis-
tance de chauffage - 7 : tube laboratoire - 8 : tige sup-
port de l'éprouvette - 9 : résistance de chauffage -
10 : vanne à passage direct ouverte - 11 : éprouvette
12 : vanne à passage direct en position fermée - 13 et
14 : bac et liquide de trempe

La figure I.2 est un schéma simplifié de l'appareil de trempe. Le four et le bac de trempe se trouvent en position basse pour le chauffage et en position haute pour la trempe. L'ensemble est mobile. Il est supporté par deux câbles, à l'extrémité desquels sont accrochés des contre-poids, dont la charge compense sensiblement la masse du four. Une charge supplémentaire communique à l'ensemble un mouvement uniformément accéléré de bas en haut qui substitue le bac de trempe au four en $7/10$ de seconde. Une entrée de gaz permet de rétablir, au moment de la trempe, une pression d'azote ou d'argon, rendant possible l'ouverture de la vanne qui sépare le liquide de trempe de l'éprouvette. Pendant le chauffage, le vide est de l'ordre de 10^{-4} torrs. Quelques copeaux de titane placés au dessus de l'éprouvette jouent, vis à vis de l'oxygène, le rôle d'un getter. Un contacteur permet de déterminer avec précision l'instant de la prise de contact entre l'éprouvette et le liquide de trempe.

L'avantage principal de cet appareil réside dans le fait que l'éprouvette est fixe et reste rigoureusement immobile pendant toute la durée de l'essai. Cela nous permet une très bonne reproductibilité des conditions expérimentales qui sont à l'abri des variations de facteurs comme la durée de transport de l'éprouvette entre le four et le liquide de trempe, ou la profondeur d'immersion.

L'admission d'un volume de gaz froid dans le four, juste avant la trempe, ne provoque pas de refroidissement mesurable de l'éprouvette car, comme nous le verrons plus loin, le contact entre le métal et un gaz s'établit toujours à une température très voisine de celle du métal.

La vanne qui sépare le bac de liquide du four joue

un double rôle. Elle permet d'établir le vide séparément dans le four et elle empêche tout échange de chaleur par rayonnement, entre les parois du four et le bac de trempe.

La moindre variation accidentelle de l'un des nombreux facteurs qui définissent le procédé de trempe peut modifier dans de très larges proportions le processus de refroidissement ; malgré toutes les précautions que nous prenons, il nous arrive parfois de ne pas obtenir une reproductibilité totale des résultats.

I.1.2 Eprouvette

Nature du métal

Nous avons étudié des éprouvettes d'argent, de nickel et de constantan à 40 % de nickel et 60 % de cuivre. Ces métaux ne possèdent pas de transformation décelable par analyse thermique et la loi de refroidissement que l'on obtient n'est perturbée par aucun dégagement de chaleur, comme c'est le cas pour l'acier à 0,6 % de carbone, dont la courbe de refroidissement est représentée sur la figure I.3 A. On observe, de façon particulièrement nette, cette perturbation sur la courbe dérivée $\frac{d\theta}{dt} = f(t)$ (figure I.3 B) : le dégagement de chaleur arrête le refroidissement pendant plusieurs secondes.

Forme de l'éprouvette

Nous avons utilisé des éprouvettes cylindriques homogénéiques de différents diamètres dont la hauteur H est égale à trois fois le diamètre ϕ . Les soudures de couple thermoélectrique

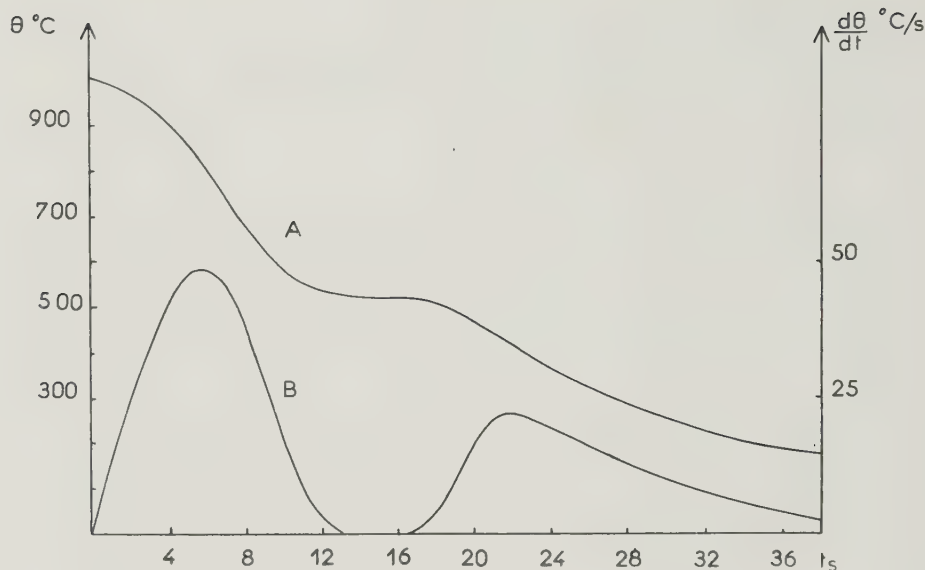


FIGURE I.3

Refroidissement, par trempe dans l'eau à 20°C, d'une éprouvette en acier à 0,6 % de carbone, de $\phi = 30$ mm et $h = 60$ mm.

- A - Variations de la température centrale en fonction du temps
- B - Courbe, dérivée de la précédente, représentant la vitesse de refroidissement en fonction du temps.

sont placées dans le plan équatorial : celle qui enregistre la température θ_C est située sur l'axe du cylindre, celle qui enregistre θ_M est mise aussi près que possible de la surface. La figure I.4, due à de Laclémendière (7), qui a utilisé les résultats des calculs de Berger (8), montre que les températures atteintes dans ce plan équatorial ne sont pratiquement pas affectées par le refroidissement des faces terminales de l'éprouvette. Dans ces conditions, l'écoulement de la chaleur à partir des points $\underline{C}$ et $\underline{M}$ est pratiquement uniquement radial. Le cylindre de de Laclémendière, de rapport $\frac{H}{\phi} = 4$ se comporte, pour le plan équatorial, comme un cylindre de hauteur

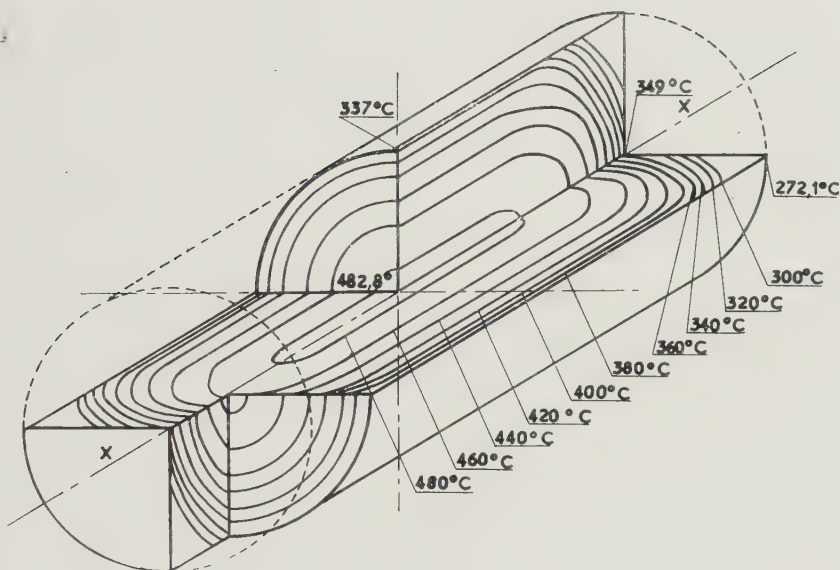


FIGURE I.4

Diagramme représentant les isothermes dans un cylindre de $\phi = 2,5$ et $h = 100$ mm en acier trempé depuis 600°C dans l'eau à 10°C , 9 secondes après l'instant de l'immersion. (d'après J. de Laclémendière - Conf. Nat. des Arts et Métiers - 1948).

infinie. Il en est pratiquement de même pour le nôtre, bien que le rapport $\frac{H}{\phi}$, égal à trois, soit légèrement inférieur.

Le point C est le point le plus chaud de l'éprouvette pendant toute la trempe. $\Delta\theta = \theta_C - \theta_M$ serait la valeur la plus élevée possible de l'écart de température si M était situé sur la surface même de l'éprouvette.

Mode de fixation

La capacité calorifique de la partie du support

d'éprouvette immergée dans le bain de trempe doit être négligeable par rapport à celle de l'éprouvette, de façon à ce que son refroidissement n'entraîne pas d'agitation du liquide. Cette condition est particulièrement importante dans le cas des liquides vaporisables, dont le support d'éprouvette peut entraîner l'ébullition. C'est pour cette raison que nous utilisons des tubes support en nickel d'épaisseur aussi faible que possible : la capacité calorifique de la masse immergée est de $0,027 \text{ cal/}^{\circ}\text{C}$, ce qui représente $1,8 \%$ de la valeur de la capacité calorifique de la plus petite éprouvette que nous avons utilisée. Ces tubes ne fluent pas encore à 900°C , même lorsqu'ils portent une éprouvette de 50 g .



FIGURE I.5

Section de l'éprouvette de 8 mm de diamètre, montrant la position de chacune des soudures chaudes et les trois fils de sortie du couple thermoélectrique différentiel.

Pour les éprouvettes plus lourdes, nous utilisons des tubes de nickel plus épais.

Le rôle des tubes support est également de protéger du liquide les fils conducteurs qui relient la soudure chaude à la source froide (figure I.5). Ces deux tubes sont vissés à la partie supérieure des orifices de passage des fils du couple, dont le diamètre est de 1 mm. Le fond de chacun de ces orifices est constitué par un cône de 120° d'angle au sommet, situé dans le plan équatorial de l'éprouvette. Le couple M longe d'aussi près que possible la surface de l'éprouvette.

La modification de capacité calorifique de l'éprouvette entraînée par le perçage de deux trous est négligeable, même dans le cas des très petites éprouvettes. C'est ainsi que, pour une éprouvette de 8 mm de diamètre et de 24 mm de hauteur, la diminution de capacité calorifique atteint seulement 0,8 % de la capacité calorifique totale.

I.2 Méthode de mesure

I.2.1 Couple thermoélectrique différentiel

On connaît l'intérêt des méthodes différentielles qui permettent d'accroître considérablement la sensibilité des mesures, tout en évitant d'enregistrer des variations erratiques et, dans le cas qui nous intéresse, réalisent une autosynchronisation rigoureuse de l'enregistrement de deux grandeurs dont les variations sont liées.

La figure I.6 permet de comparer la méthode différentielle d'enregistrement de la différence de température $\Delta\theta = \theta_C - \theta_M$

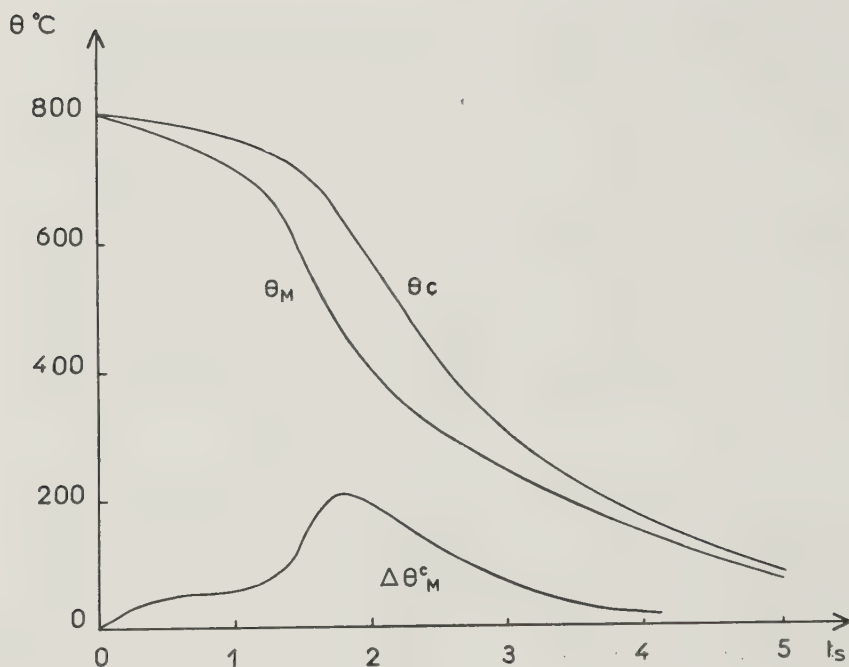


FIGURE I.6

Variations, en fonction du temps, des températures θ_C et θ_M d'une éprouvette cylindrique en nickel de 8 mm de $\underline{C}$ diamètre et 24 mm de hauteur, trempée depuis $\theta_o = 800^\circ\text{C}$ dans de l'eau à 20°C . Variations, également en θ_o fonction du temps, de l'écart $\underline{\Delta\theta_M^C}$ entre ces deux températures.

au centre $\underline{C}$ et en un point $\underline{M}$, proche de la surface d'un échantillon de nickel trempé depuis 800°C , dans de l'eau à 20°C , à la méthode simple d'enregistrement séparé des températures θ_C et θ_M . On peut aussi se rendre compte de la très grande supériorité de l'une ou de l'autre méthode de détermination de $\underline{\Delta\theta_M^C}$ sur la méthode d'enregistrement de la vitesse de refroidissement $v = \frac{d\theta_C}{dt}$ en fonction du temps, pour déceler l'existence éphémère d'une couche de caléfaction.

Enfin, l'emploi de la méthode expérimentale qui consiste à enregistrer directement la force électromotrice correspondant à la

différence $\Delta\theta_M^C$ entre la température du point C et celle du point M, élimine toute erreur de synchronisation ; en effet, il est difficile de faire coïncider rigoureusement les temps $t = 0$ enregistrés au cours de deux expériences différentes. Une erreur très faible sur la position exacte de cet instant $t = 0$ peut introduire une erreur considérable sur la valeur de $\Delta\theta_M^C$ et, en particulier, sur sa valeur maximale. Par exemple, s'il s'introduisait une erreur accidentelle de synchronisation, qui produirait un retard de 0,1 seconde dans la détermination de l'instant $t = 0$ de la courbe de variation de la température du point C, pour l'éprouvette trempée dans les conditions de la figure I.6, l'écart maximal mesuré $\Delta\theta_M^C$ atteindrait 228°C, contre 200°C, mesurés en l'absence de toute erreur de synchronisation.

La figure I.5 montre l'ensemble constitué par l'éprouvette et le couple. On voit que notre dispositif permet d'enregistrer à la fois $\Delta\theta_M^C$ par la force électromotrice entre 1 et 3, θ_C par la force électromotrice entre 1 et 2 et θ_M par la force électromotrice entre 2 et 3.

Nous avons utilisé soit des couples chromel-constantan très sensibles mais aussi très oxydables, lorsque $\Delta\theta_M^C$ est inférieur à 10°C, soit, dans tous les autres cas, des couples chromel-alumel. Ces deux types de couples ont une réponse pratiquement linéaire entre 0 et 900°C. Il en résulte que nous enregistrons directement les températures et les différences de température. Aucune correction des courbes n'est nécessaire.

I.2.2 Précision des résultats

Les soudures du couple sont reliées à la soudure froide commune par des fils de 0,3 mm de diamètre. Nous allons montrer que

les pertes par conduction à l'intérieur de ces fils nous interdisent de mesurer la température sur la surface même de l'éprouvette mais qu'elles sont négligeables pour la mesure au fond d'une cavité.

I.2.2.1 Mesure de la température à la surface

Si l'on mettait la soudure seule au contact de la surface de l'éprouvette, l'erreur $E(\theta_S)$ introduite par les pertes par conduction dans les fils de couple serait (9) :

$$E(\theta_S) = \frac{\pi d \epsilon \sqrt{\lambda h d}}{2 k S + \pi d \epsilon \sqrt{\lambda h d}} \theta_S$$

θ_S est la température de la surface, d le diamètre du fil, ϵ l'épaisseur de la couche d'air de conductivité thermique k qui sépare la soudure de la surface, S la surface de contact entre le fil et l'éprouvette.

La conductivité thermique de l'air est environ $k = 10^{-3} \text{ cal.cm}^{-1}.\text{°C}^{-1}.\text{s}^{-1}$. Nous supposons que l'épaisseur de la couche d'air ϵ est de 0,02 mm. Dans le cas de notre couple, nous trouvons une erreur relative $\frac{E(\theta_S)}{\theta_S}$ qui dépasse 30 %. Sur une différence de température, l'erreur absolue est souvent du même ordre de grandeur que la valeur obtenue.

De plus, dans un système en évolution rapide, les difficultés s'accumulent. En particulier, on serait conduit à plaquer la soudure et une importante portion des fils de couple le long de la surface de façon à réaliser, à chaque instant, un équilibre thermique aussi parfait que possible entre le couple et la surface, mais alors le couple constitue un écran thermique qui modifie la température de la surface. La solution opposée, qui

consisterait à faire affleurer la soudure du couple à la surface et à la polir avec elle in situ, donnerait, à l'instant initial de la trempe, un résultat complètement aberrant.

Ce sont en effet, les coefficients d'arrachement thermique (6), parfois très différents de la soudure du couple et du métal constituant l'éprouvette, qui détermineraient les températures superficielles. Les deux surfaces métalliques pourraient être, de ce fait, à des températures très différentes.

Ces diverses observations conduisent à l'idée, que c'est en mesurant la température au fond d'une cavité dont les parois sont sensiblement isothermes dans le sens longitudinal de l'éprouvette (figure I.5), que l'erreur de mesure est la plus réduite.

En effet, dans la cavité en forme de puits, les fils du couple sont enroulés l'un sur l'autre et constituent une hélice qui assure une très grande surface de contact avec les parois de la cavité. Il n'existe plus, à la soudure, aucune fuite de chaleur par conduction dans le fil. Vernotte (9) montre que, dans ce cas, la nouvelle erreur absolue $E'(\theta_S)$, s'écrit :

$$E'(\theta_S) = E(\theta_S) \frac{1}{1 + \frac{\beta E(\theta_S)}{\alpha \theta_S}} \frac{\alpha}{\beta}$$

avec
$$\alpha = 2\sqrt{\frac{h}{\lambda d}}$$

et
$$\beta = \sqrt{\frac{2(H + h)}{\lambda d}}$$

$\underline{H}$ est le coefficient de passage paroi-fil, $\underline{h}$ le coefficient de passage fil-milieu extérieur.

Comme, dans la cavité, on a : $\alpha \approx 0$, $E'(\theta_S) \approx 0$

L'erreur de mesure est très voisine de 0 ; la soudure du couple ne peut pas déceler la fuite de chaleur par conduction dans les fils.

Cas particulier d'un système en évolution très rapide

R. Bigot (10) a montré expérimentalement que la force électromotrice produite par le couple n'a pas de retard sur la température réelle. Il observe, en effet, que le prolongement de la branche de courbe qui, en régime d'ébullition, représente les variations de la vitesse de refroidissement en fonction de la température, aboutit toujours sur l'axe $v = 0$, à la température d'ébullition du liquide de trempe. Cette propriété est indépendante de la température initiale de l'éprouvette.

I.2.2.2 Position exacte du point M, voisin de la surface, dont on mesure la température

En pratique, nous perçons un puits de 1 mm de diamètre à l'aide d'un foret centré sur un point situé à 1 mm de la surface. On observe toujours une légère déviation du foret, soumis de la part de l'éprouvette, à des contraintes dissymétriques le rapprochant de la surface. Le fond du puits se trouve en fait à 0,75 mm de la surface. La soudure du couple est pratiquement une sphère d'environ 0,6 mm de diamètre, qui est tangente au cône constituant le fond du puits. Le contact se fait suivant un cercle non isotherme. Les variations de température le long de ce cercle sont importantes lorsque la vitesse de refroidissement

est grande parce que c'est précisément au voisinage de la surface de l'éprouvette que les gradients de température ont les valeurs les plus élevées. En fait, le couple mesure la température du point de contact le plus chaud. Le schéma de la figure I.7 montre que si la soudure est parfaitement sphérique et le fond du puits parfaitement cônique, ce point est situé à 0,90 mm de la surface.

I.2.2.3 Etalonnage des couples thermoélectriques

Chacune de nos mesures a nécessité l'emploi d'un très grand nombre de couples, ce qui poserait un problème difficile si l'emploi d'un couple différentiel ne permettait pas de tester la qualité des soudures au début de chaque essai. En effet, lorsque l'éprouvette de trempe est, avant l'expérience, en équilibre

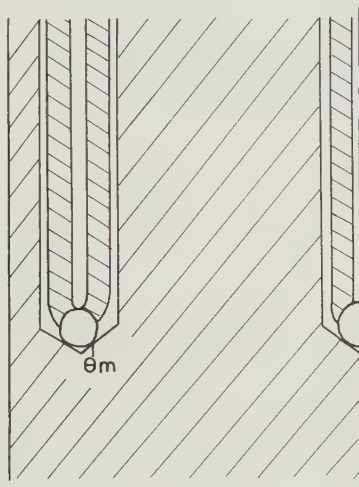


FIGURE I.7

Coupe du fond des puits où on effectue les mesures, et localisation exacte des points dont on mesure la température

thermique à la température initiale θ_0 , sa température est parfaitement uniforme et le couple différentiel doit donner une force électromotrice rigoureusement nulle.

Dans le cas où l'on enregistre des variations de température, c'est évidemment la température au point C (figure I.5) que l'on considère et il est indispensable d'utiliser une soudure froide dont la température

reste rigoureusement constante pendant toute l'expérience, et de

faire une correction de soudure froide. Lorsqu'on enregistre la différence de température $\Delta\theta = \theta_C - \theta_M$, cette correction n'est plus nécessaire.

I.3. Enregistrement

L'écart de température est généralement faible et il lui correspond une force électromotrice faible. Il est indispensable de demander à l'enregistreur, outre la très faible inertie exigée par la rapidité des phénomènes, une très grande sensibilité.

I.3.1 Cas des refroidissements très rapides

Il s'agit d'enregistrer et de mesurer une force électromotrice qui traduit un phénomène fugace et souvent de faible amplitude.

I.3.1.1 Le phénomène est fugace

La trempe de pièces de petites dimensions fait apparaître des écarts de température qui, partant d'une valeur nulle, atteignent un maximum puis tendent vers zéro au bout d'un temps très bref. Pour obtenir la courbe $\Delta\theta_M^C = f(t)$, nous appliquons la force électromotrice aux plaques horizontales d'un oscillographe cathodique dont la sensibilité est de 500 mV/cm. Le temps est enregistré en abscisses. Il est défini par les déviations horizontales du spot, pilotées par la base de temps. L'enregistrement s'obtient sur plusieurs balayages du spot, que l'on enregistre à l'aide d'une chambre photographique, ouverte sur l'écran pendant toute la durée de l'expérience (figure I.8).



FIGURE 1.8

Enregistrement photographique de la courbe expérimentale $\Delta\theta = \theta_C - \theta_M$, obtenue dans les mêmes conditions expérimentales que celles de la figure 1.6

I.3.1.2 Le phénomène est de faible amplitude

Les faibles écarts de température que nous désirons enregistrer, produisent des forces électromotrices faibles, souvent inférieures à 1 mV, qu'il est nécessaire d'amplifier considérablement pour obtenir une déviation mesurable du spot. Le problème de l'amplification était très difficile à résoudre de façon satisfaisante à l'époque où nous avons entrepris ce travail; aussi allons nous passer en revue les différents impératifs auxquels doit satisfaire l'amplificateur.

Stabilité

Le problème de la stabilité des amplificateurs de tension continue n'a pas reçu de solution définitive. Celui dont nous disposons, donne une dérive de 3 volts par heure, pour un gain de 3000, soit l'équivalent d'une variation du signal d'entrée égale à 1 mV/heure et 25°C/heure. Or, nous n'utilisons l'oscillographe que pour des expériences durant au maximum 20 secondes. Dans ces conditions, il est légitime de négliger la dérive de l'amplificateur.

Bruit de fond

Sa valeur maximale est de l'ordre de 300 mV eff., pour le gain de 3000, c'est-à-dire 0,1 mV à l'entrée.

Impédance d'entrée

La résistance entre la masse et chacune des entrées est de 10 M Ω et la capacité d'entrée est inférieure à 60 pF, dans le cas où on emploie la sensibilité maximale. L'impédance est donc toujours très élevée devant les variations de résistance du circuit de couple pendant la trempe, qui sont liées aux variations de la résistivité du métal en fonction de la température.

Inertie

La chaîne d'enregistrement permet de mesurer des tensions alternatives qui peuvent atteindre 10 kc/s, sans distorsion.

I.3.2 Cas des refroidissements à vitesse moyenne ($v_r < 100^\circ\text{C/s}$)

Lorsque le refroidissement de trempe dure plusieurs

minutes, la dérive de l'amplificateur de tension continue ne peut plus être négligée et, même pour le balayage le plus lent que nous puissions réaliser, la courbe se trouve découpée en un très grand nombre de segments qui se chevauchent de façon pratiquement inextricable, par suite de l'existence d'un maximum. Dans ce cas nous utilisons, comme enregistreur, un galvanomètre à équipage immergé avec enregistreur suiveur de spot. La période du galvanomètre, soit 0,8 s, définit l'inertie de l'enregistreur. La vitesse maximale du chariot portant la cellule et le stylet inscripteur est de 650 mm/s. On pourrait donc, en principe, enregistrer, dans nos conditions opératoires, une vitesse de refroidissement atteignant 2500°C/s. En pratique, le défilement du papier enregistreur est seulement de 300 mm/mn et il est raisonnable de ne pas vouloir enregistrer un refroidissement dont la vitesse soit supérieure à 100°C/s. Dans ces conditions, la pente de la tangente à la courbe peut être mesurée avec précision.

Nous devons signaler que le four de trempe de R. Bigot, ne permet pas de tremper des éprouvettes de diamètre supérieur à 25 mm. Dans le cas des éprouvettes de plus grand diamètre, nous avons utilisé un autre four et effectué manuellement la trempe. Cela ne présente d'ailleurs aucun inconvénient dans le cas des grosses éprouvettes, dont le refroidissement est très lent. Le bac de trempe avait alors une capacité de 48 litres. Nous évitons ainsi l'accumulation de liquide chaud à la surface du bain, par effet de thermosiphon (11). Cependant, dans certains cas, l'élévation moyenne de la température du bain suffit pour entraîner des variations non reproductibles de l'écart de température $\Delta\theta = \theta_C - \theta_M$ entre le centre et la surface de l'éprouvette.

II. BASES THEORIQUES DE NOTRE DESCRIPTION DE LA TREMPÉ

Nous avons montré précédemment (I. 2. 2) qu'il n'est pas possible de mesurer expérimentalement la température θ_S de la surface

de l'éprouvette à cause des gradients de température qui se produisent lorsque cette température varie rapidement. Nous avons dit que nous nous contentions d'enregistrer les variations de température en un point $\underline{M}$, distant de 0,9 mm de la surface. Au paragraphe II.2, nous montrerons que la différence $(\theta_M - \theta_S)$ peut atteindre 20 % de l'écart total $(\theta_C - \theta_S)$ de température entre le centre et la surface. Nous avons en effet tourné cette difficulté, soit en déterminant θ_S par le calcul dans l'hypothèse où le régime initial de trempe peut être considéré comme l'établissement, le long de la surface $\underline{S}$, d'un contact brusque entre deux milieux qui s'étendent à l'infini de part et d'autre de cette surface, soit en extrapolant θ de θ_M à θ_S grâce à la loi parabolique de variations de la température en fonction de la distance au centre que nous établissons au paragraphe II.2. La première méthode ne permet de déterminer que la température $\theta_S = \theta_{ci}$ de la surface à l'instant du contact entre le métal et le liquide ; la seconde est, au contraire, une méthode générale qui s'applique dès l'instant que la loi parabolique de variations de θ , en fonction de la position, est valable.

Il est en effet très important de connaître θ_S avec précision pour décrire complètement la succession des phénomènes qui se déroulent sur la surface de l'éprouvette au cours du refroidissement de trempe. C'est cette température qui détermine, dès le régime initial, le mode de vaporisation du liquide de trempe et, pendant les régimes d'ébullition nucléée et de convection, le coefficient $\underline{h}$ de passage de la chaleur du solide au liquide.

II.1 Calcul de la température de contact brusque à la surface d'une éprouvette trempée dans un liquide

C'est Riemann qui, le premier, a défini et calculé la température de contact à la surface de séparation de deux milieux, illimités de part et d'autre de cette surface, à l'aide de l'équation

générale de la chaleur. Les données qu'il utilisait sont les températures initiales $(\theta_0)_1$ et $(\theta_0)_2$ de chaque milieu et leurs conductivités thermiques, chaleurs massiques et masses volumiques respectives. Le raisonnement de Riemann peut être appliqué au cas de la trempe d'un métal dans un liquide, à condition de se limiter à l'instant précis du contact, où les deux milieux se comportent comme s'ils étaient infinis, c'est-à-dire avant que le signal thermique apparue à la surface n'ait eu le temps d'atteindre les frontières de l'un ou de l'autre milieu. En outre, selon P. Vernotte (6) "dans une expérience très brève, on a sûrement un phénomène à une seule dimension, infiniment plus simple à interpréter".

Considérons donc, tout d'abord, un seul milieu s'étendant à l'infini et écrivons l'équation de la chaleur suivant une seule dimension (12)

$$I(1) \quad \frac{\lambda}{c\rho} \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} = \frac{\partial \theta}{\partial t}$$

λ est le coefficient de conductivité thermique du milieu, c sa chaleur massique et ρ sa masse volumique.

On sait que cette équation admet comme solution la fonction :

$$\theta(x, t) = \frac{C}{2\sqrt{\frac{\pi\lambda t}{c\rho}}} \exp. - \frac{(x - x')^2}{4 \frac{\lambda}{c\rho} t}$$

C est une constante et x' un paramètre arbitraire.

On choisit le terme $\frac{1}{2\sqrt{\frac{\pi\lambda}{c\rho}}}$ pour que :

$$\int_{-\infty}^{+\infty} \theta(x, t) dx = C$$

Comme l'équation de la chaleur est linéaire, toute combinaison linéaire de solutions $\theta(x, t)$ en est aussi une solution et, en particulier :

$$I.2 \quad f(x, t) = \frac{1}{2\sqrt{\frac{\pi \lambda t}{c \rho}}} \int_{-\infty}^{+\infty} C(x') \exp. - \frac{(x - x')^2}{4 \frac{\lambda t}{c \rho}} dx'$$

Pour $x = x'$, on peut écrire, quand $t = 0$, $f(x, 0) = C(x)$, qui représente la distribution initiale de température.

Supposons maintenant que l'on ait, à l'instant $t = 0$, une répartition de température telle que :

$$\left| \begin{array}{ll} x > 0, & \theta = 0 \\ x < 0, & \theta = \theta_0 \end{array} \right. \quad (\text{Schéma A ci-dessous})$$

les milieux, de part et d'autre de leur surface commune, possédant toujours les mêmes propriétés. A l'instant $t = 0$, qui peut être considéré comme un instant du passé, la véritable origine des temps est l'instant où la surface commune a atteint sa température finale. Donc,

$$\begin{array}{ll} \text{pour } x > 0, & C(x) = 0 \\ \text{pour } x < 0, & C(x) = \theta_0 \end{array}$$

Cette distribution de température, portée dans la relation I.2, nous permet d'écrire :

$$f(x, t) = \frac{\theta_0}{\sqrt{\pi}} \int_0^{\infty} \exp. - \frac{(x-x')^2}{4 \frac{\lambda t}{c \rho}} \frac{dx'}{2\sqrt{\frac{\lambda t}{c \rho}}}$$

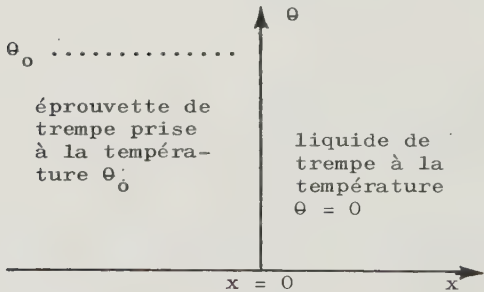


Schéma A

Introduisons une nouvelle variable qui s'écrit :

$$I.3 \quad \xi = \frac{x - x'}{2\sqrt{\frac{\lambda t}{c\rho}}}$$

et

$$I.3' \quad d\xi = -\frac{dx'}{2\sqrt{\frac{\lambda t}{c\rho}}}$$

On a alors :

$$I.4 \quad f(x, t) = -\frac{\theta_0}{\sqrt{\pi}} \int_{\frac{x}{2\sqrt{\frac{\lambda t}{c\rho}}}}^{-\infty} \exp. - \xi^2 d\xi$$

On pose

$$\operatorname{erf} X = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^X \exp. - \xi^2 d\xi \quad (\operatorname{erf} = \text{fonction d'erreur})$$

La relation I.4 prend la forme :

$$f(x, t) = \frac{\theta_0}{2} \left[\frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_{-\infty}^0 \exp. - \xi^2 d\xi + \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^{\frac{x}{2\sqrt{\frac{\lambda t}{c\rho}}}} \exp. - \xi^2 d\xi \right]$$

Comme $\operatorname{erf} \infty = 1$,

$$I.5 \quad f(x, t) = \frac{\theta_0}{2} \left[1 + \operatorname{erf} \frac{x}{2\sqrt{\frac{\lambda t}{c\rho}}} \right]$$

représente l'évolution de la température en fonction du temps et de l'espace. Il en résulte, en particulier, que pour $x = 0$, la température est indépendante du temps.

Dans les considérations précédentes, nous supposons que les deux milieux semi-infinis situés de part et d'autre du plan

$x = 0$, ont les mêmes propriétés physiques. En fait, dans le cas de la trempe, ces deux milieux ont des propriétés très différentes. Appelons λ_1 , c_1 et ρ_1 les conductivité thermique, chaleur massique et masse volumique du milieu 1 et λ_2 , c_2 et ρ_2 celles du milieu 2. Nous pouvons écrire, indépendamment dans chaque milieu :

$$\frac{\lambda_1}{c_1 \rho_1} \frac{\delta^2 \theta}{\delta x^2} = \frac{\delta \theta}{\delta t}$$

et

$$\frac{\lambda_2}{c_2 \rho_2} \frac{\delta^2 \theta}{\delta x^2} = \frac{\delta \theta}{\delta t}$$

Soient, $(\theta_0)_1$ et $(\theta_0)_2$ les températures des deux milieux avant leur contact. Dès la mise en contact brusque, il sort du milieu (2) une certaine quantité de chaleur qui traverse la surface $\underline{S}$, puis passe dans le milieu (1). En l'absence de toute chaleur latente de transformation des milieux (1) et (2), on peut écrire la loi de Fourier au passage de (1) à (2) à travers la surface $\underline{S}$:

$$I.6 \quad \left(\frac{\Phi}{S}\right)_S = - \lambda_1 \left(\frac{\delta \theta}{\delta x}\right)_{S,1} = - \lambda_2 \left(\frac{\delta \theta}{\delta x}\right)_{S,2}$$

La relation I.5 permet d'écrire les températures $\underline{\theta}_1$ et $\underline{\theta}_2$ en fonction des variables x et t :

$$I.7 \quad \theta_1 = A_1 + B_1 \operatorname{erf} X_1$$

$$I.7' \quad \text{et} \quad \theta_2 = A_2 + B_2 \operatorname{erf} X_2$$

$\underline{X}_1$ et $\underline{X}_2$ étant les valeurs respectives de la variable $\underline{\xi}$ dans chacun des milieux 1 et 2.

Pour une valeur très petite de t , on peut écrire en tout point des milieux (1) ou (2) qui ne soit pas situé à la surface de contact :

$$\operatorname{erf} X_1 = - 1$$

$$\text{et} \quad \operatorname{erf} X_2 = + 1$$

On a alors :

$$I.8 \quad (\theta_o)_1 = A_1 - B_1$$

$$I.9 \quad (\theta_o)_2 = A_2 + B_2$$

Portons dans la relation I.6, qui exprime la loi de Fourier, la valeur :

$$\frac{\delta \theta}{\delta x} = \frac{\delta \theta}{\delta X} \frac{1}{2 \sqrt{\frac{\lambda t}{c \rho}}}, \text{ d\'eduite de la relation I.3'}$$

$$I.10 \quad \frac{\lambda_1}{\sqrt{\frac{\lambda_1}{c_1 \rho_1}}} B_1 = \frac{\lambda_2}{\sqrt{\frac{\lambda_2}{c_2 \rho_2}}} B_2$$

ou

$$\sqrt{\lambda_1 c_1 \rho_1} B_1 = \sqrt{\lambda_2 c_2 \rho_2} B_2$$

Nous voyons apparaître ici le coefficient $\sqrt{\lambda c \rho}$, caractéristique d'un milieu, que P. Vernotte (6) appelle "coefficient d'arrachement thermique" et d'autres auteurs (13) "effusivité", ce qui implique l'idée d'instantanéité du contact et de l'échange. Pour $x = 0$, c'est-à-dire à la surface, la température est commune aux deux milieux, dès l'instant du contact. Elle est uniforme et prend une valeur comprise entre $(\theta_o)_1$ et $(\theta_o)_2$ que l'on obtient en pondérant ces températures par les coefficients $E = \sqrt{\lambda c \rho}$ caractéristiques de chacun des milieux.

Calculons la valeur de cette température. Sur la surface, on peut écrire :

$$X_1 = X_2 = 0 \quad \text{soit, d'après I.7 et I.7'}$$

$$I.11 \quad A_1 = A_2$$

Si l'on remplace les constantes A_1 , A_2 , B_1 et B_2 par leurs valeurs calculées à l'aide des relations I.8, 9, 10 et 11, on obtient, en fonction de x et de t , les valeurs de la température dans chaque milieu et, en particulier, sur leur surface commune pour laquelle on peut écrire :

$$I.12 \quad \theta_1 = \theta_2 = \theta_{ci} = \frac{(\theta_o)_1 \sqrt{\lambda_1 c_1 \rho_1} + (\theta_o)_2 \sqrt{\lambda_2 c_2 \rho_2}}{\sqrt{\lambda_1 c_1 \rho_1} + \sqrt{\lambda_2 c_2 \rho_2}}$$

Un fait important est que cette température reste constante aussi longtemps que chacun des deux milieux peut être considéré comme illimité de part et d'autre de la surface. Un autre est que nous avons un moyen de déterminer la valeur de cette température à l'aide d'une formule d'emploi très facile.

II.2 Détermination de la température pariétale θ_s d'une éprouvette cylindrique en cours de refroidissement, par extrapolation des mesures de θ_C et θ_M .

A un instant quelconque du refroidissement, tous les points situés sur la même surface cylindrique de rayon $\underline{r}$ sont à la même température $\underline{\theta}$. Grâce à nos mesures, on connaît, à chaque instant, la température θ_C au centre de l'éprouvette ($r = 0$) et la température θ_M en un point $\underline{M}$ situé à 0,9 mm de la surface extérieure de rayon $\underline{R}$ défini par $r = R - 0,9$. Nous allons montrer que, dans le cadre des trois hypothèses suivantes :

- à l'instant initial $t = 0$, la température de l'éprouvette cylindrique est rigoureusement uniforme.
- la vitesse de refroidissement de la surface $(\frac{d\theta}{dt})_{r=R} = K$, K étant une constante

- on considère les phénomènes à partir d'un instant $\underline{t}$ où le régime de passage de la chaleur est établi. Cette troisième hypothèse a été énoncée et appliquée pour la première fois par Russel (14)

La répartition de la température à l'intérieur de l'éprouvette obéit, à un instant donné du refroidissement, à une loi parabolique qui est déterminée dès l'instant que l'on connaît la température sur deux cylindres, par exemple les températures $\underline{\theta_C}$ et $\underline{\theta_M}$

$$I.13 \quad \theta(r) = (\theta_C - \theta_S) \left(1 - \frac{r^2}{R^2}\right) + \theta_S$$

En effet, l'équation de la chaleur s'écrit, en coordonnées cylindriques :

$$I.14 \quad \frac{\delta \theta}{\delta t} = \frac{\lambda}{c \rho} \left(\frac{1}{r} \frac{\delta \theta}{\delta r} + \frac{\delta^2 \theta}{\delta r^2} \right)$$

Sa solution est, dans les conditions énumérées ci-dessus :

$$I.15 \quad \theta(r, t) = -Kt + \frac{KR^2 c \rho}{4 \lambda} \left(1 - \frac{r^2}{R^2}\right) + \sum_{k=1}^{k=\infty} \frac{2KR^2 c \rho}{\mu_k^3 J_1(\mu_k) \lambda} J_0\left(\mu_k \frac{r}{R}\right) \exp. - \mu_k^2 \left(\frac{\lambda t}{c \rho R^2}\right)$$

On voit que $\theta(r, t)$ est la somme de trois termes dont le dernier devient négligeable dès l'instant où $\underline{t}$ atteint une valeur suffisante pour que

$$\exp. - \mu_k^2 \left(\frac{\lambda t}{c \rho R^2}\right),$$

qui tend vers zéro lorsque $\underline{t}$ tend vers l'infini, soit suffisamment

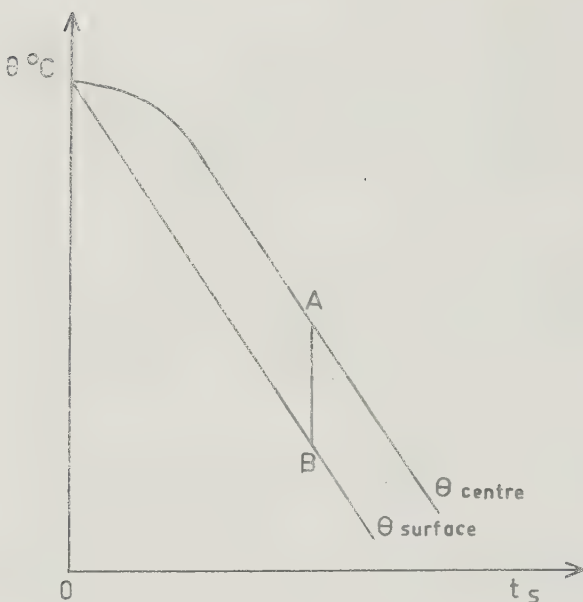


FIGURE I.9

Variations, en fonction du temps, de la température θ_C d'un cylindre dont la température pariétale θ_S diminue avec une vitesse constante. AB représente l'écart $[\Delta\theta_S^C]_{\max}$.

petit (figure I.9).

Dans ces conditions, on obtient l'expression très simplifiée :

$$I.16 \quad \theta(r, t) = -Kt + \frac{Kc\rho R^2}{4\lambda} \left(1 - \frac{r^2}{R^2}\right),$$

qui permet de calculer θ_C ($r = 0$) et θ_S ($r = R$) :

$$\theta_C = -Kt + \frac{Kc\rho R^2}{4\lambda}$$

$$\theta_S = -Kt \quad \text{et}$$

$$I.17 \quad \left[\Delta \theta_S^C \right]_{\max} = \theta_C - \theta_S = \frac{Kc\rho R^2}{4\lambda}$$

Dans ces conditions, I.16 devient I.13 qui représente la loi parabolique que nous avons annoncée.

Or, en pratique, nous ne connaissons pas θ_S mais nous mesurons θ_M , température sur le cylindre de rayon r_M . Appliquons l'équation I.13 à la température θ_M ce qui permet finalement de déterminer θ_S par extrapolation à partir de θ_C et θ_M :

$$I.18 \quad \theta_C - \theta_S = \frac{r_M^2}{r^2} (\theta_C - \theta_M)$$

Remarque

Nous avons utilisé la solution I.15 de l'équation de la chaleur parce qu'elle ne nécessite pas la connaissance du coefficient de passage à travers la surface h . Si nous connaissions ce coefficient, nous utiliserions la solution suivante :

$$I.15' \quad \theta(r, t) = \theta_0 \sum_{k=1}^{k=\infty} \frac{2}{\mu_k} \frac{J_1(\mu_k)}{J_0^2(\mu_k) + J_1^2(\mu_k)} J_0\left(\mu_k \frac{r}{R}\right) \exp. - \mu_k^2 \left(\frac{\lambda t}{c\rho R^2}\right)$$

où μ_k représente les racines d'une équation transcendante définie à partir des conditions aux limites. $J_0(\mu_k)$ et $J_1(\mu_k)$ sont des fonctions de Bessel de première espèce d'ordre zéro et un.

Si l'on considère l'équation transcendante

$$\mu J_1(\mu) = h R J_0(\mu)$$

on constate qu'il faut, pour calculer μ_k , connaître le coefficient h de passage de la chaleur.

II.3 Détermination de la température moyenne d'une éprouvette en cours de refroidissement

La température varie, pour t donné, suivant la relation I.13. Or, la quantité de chaleur sensible nécessaire pour élever la température de l'éprouvette au-dessus de $\underline{\theta}_S$, s'écrit :

$$Q = \rho c \int_0^{\theta_C} \pi r^2 d\theta$$

C'est la capacité calorifique du parabolôïde de révolution engendré par la rotation, autour de son axe, de la parabole de répartition des températures. Si on remplace r par sa valeur calculée à partir de la loi parabolique,

$$\begin{aligned} Q &= \rho c \int_0^{\theta_C} \frac{\pi R^2}{\Delta \theta_S} (\Delta \theta_S - \theta) d\theta \\ &= \rho c \left[\pi R^2 \theta + \frac{\pi R^2}{2 \Delta \theta_S} \theta^2 \right] \end{aligned}$$

La température moyenne est celle qui serait atteinte par l'ensemble de l'éprouvette, ramenée à l'état d'équilibre après un arrêt du refroidissement, d'où :

$$\theta_m = \frac{Q}{(\pi R^2) \rho c} + \theta_S \quad \text{et}$$

$$I.19 \quad \theta_m = (\Delta \theta_S - \frac{\Delta \theta_S}{2}) + \theta_S = \theta_S + \frac{(\theta_C - \theta_S)}{2}$$

On voit que, dans un cylindre où la répartition de la température est parabolique, la température moyenne est la moyenne arithmétique des températures $\underline{\theta}_C$ et $\underline{\theta}_S$.

On interrompt le refroidissement de l'éprouvette pour déterminer sa température, après retour à l'équilibre. Cet essai constitue une vérification expérimentale directe de l'approximation avec laquelle la relation I.19 est satisfaite.

Nous trempions depuis $\theta_0 = 600^\circ\text{C}$, dans de l'eau à 100°C , une éprouvette de 24 mm de diamètre et 72 mm de hauteur. Lorsque sa température θ_C atteint 420°C , nous la retirons brutalement du bain de trempe. Nous effectuons une correction de refroidissement à l'air, déterminée dans des expériences de trempe à l'air. La température atteint une valeur comprise entre 409 et 410°C . Le calcul de cette même température, par l'extrapolation que nous venons de décrire, donne une température à peine supérieure à 410°C .

CHAPITRE II

TREMPE DANS UN LIQUIDE NON VAPORISABLE

L'étude de la trempe d'éprouvettes métalliques dans un liquide permet de classer les lois de refroidissement en trois catégories qui se distinguent par la forme de la courbe de vitesse de refroidissement $\frac{d\theta}{dt} = f(t)$. R. Bigot (5) a proposé de les appeler loi de type M, si la courbe de vitesse présente un simple maximum, loi de type I, si elle présente un point d'inflexion et loi de type P, s'il existe un palier. Ces deux dernières catégories sont caractéristiques de la trempe d'éprouvettes portées à haute température dans un liquide susceptible de se vaporiser. Le dégagement d'une phase vapeur, entre le métal et le liquide, provoque un bouleversement de la loi de refroidissement résultant de phénomènes assez complexes dont l'étude est poursuivie au Chapitre III.

De même, on est amené à distinguer deux sortes de courbes de type M : les unes, que le même auteur appelle M_g, appartiennent aux liquides vaporisables ; les autres appelées M_o, caractérisent tous les fluides qui ne changent pas de phase dans le domaine de températures considéré. Dans ce cas, le refroidissement

s'effectue en deux étapes : un régime dit "régime initial" ou "régime de haute température", suivi d'un refroidissement par convection du liquide le long de la surface de l'éprouvette.

Parmi les fluides qui donnent des courbes de type M_0 , on trouve des liquides et des gaz stables physiquement et chimiquement, dans le domaine de températures parcouru pendant la trempe. Cependant, le refroidissement dans un gaz est très lent et ne provoque pas d'écarts de température élevés. A titre d'exemple, nous avons refroidi à l'air libre une éprouvette cylindrique en nickel de 8 mm de diamètre et 24 mm de hauteur ; l'écart maximal de température, mesuré entre le centre et le point voisin de la surface, n'atteint pas 4°C. Il faudrait que l'éprouvette atteigne des dimensions assez considérables pour que l'écart de température $\Delta \theta_M^C$ atteigne une valeur élevée.

Parmi les liquides qui ne subissent pas de vaporisation, les métaux fondus permettent de parcourir un large domaine de températures. Dans ce cas, nous distinguons les deux étapes suivantes dans le refroidissement : la première est l'instant initial de mise en contact de la pièce avec le liquide ; la seconde est le transfert progressif de la chaleur de l'éprouvette, à travers la surface, vers le liquide. Nous les étudions successivement.

I - REGIME INITIAL A TEMPERATURE PARIETALE STATIONNAIRE

Dès le déclenchement du système de trempe (figure I.2), le bac remonte vers l'éprouvette à la vitesse de 50 cm/s, ce qui assure l'immersion complète de l'éprouvette en 0,7 s. Des butées convenablement réglées arrêtent le mouvement du bac de trempe lorsque la face supérieure de l'éprouvette cylindrique est immergée de 10 mm dans le liquide de trempe. Le plan médian du cylindre, dans lequel se trouvent les soudures des deux couples

thermoélectriques, atteint sa position définitive 0,05 seconde après le premier contact entre le liquide et la face inférieure de l'éprouvette. Dans ces conditions, le contact entre les deux milieux n'est pas rigoureusement instantané et, pendant un temps très court, le liquide s'écoule le long de la surface de l'éprouvette.

La perception de ces phénomènes n'est pas possible dans les conditions de nos expériences. L'observation cinématographique directe n'est pas réalisable. L'effet écran, dû à la masse de métal comprise entre la surface et le point M dont nous enregistrons les variations de température, est trop important pour que nous percevions des phénomènes aussi faibles et aussi brefs. En outre, l'analyse détaillée des processus physico-chimiques qui accompagnent le contact nous échappe totalement.

La description théorique de l'établissement idéal du contact, pendant un instant très bref, ne permet pas d'appliquer l'équation de la chaleur à la conduction dans les solides. P. Vernotte (15) a mis en relief ce qu'il appelle le "paradoxe de l'équation de la chaleur" : si l'établissement de la température de contact entre les deux milieux était rigoureusement instantané, le flux de chaleur qui traverserait la surface à l'instant du contact serait infini, ce qui est physiquement impossible.

Il résulte de l'ensemble de ces considérations que ni l'expérience, ni la théorie classique de la chaleur ne permettent de décrire et de comprendre les phénomènes qui se produisent à l'instant précis du contact. La figure II.1 représente l'évolution de la température θ_s de la surface de contact de l'éprouvette avec le liquide de trempe non vaporisable, pendant ce que nous appelons le régime initial de trempe, et au début du régime de convection qui lui succède. Nous choisissons comme origine de temps

l'instant $t = 0$ où la température θ_{ci} est établie sur la surface. Dans ce qui suit, nous déterminons par l'expérience et le calcul la durée t_i du régime initial. Nous calculerons ensuite les températures de contact initial θ_{ci} pour différentes éprouvettes, prises dans différents états de surface. Dans le cas particulier d'une éprouvette de nickel recouverte d'oxyde NiO, formé à 800°C à l'air, nous vérifierons, de façon indirecte, la valeur de θ_{ci} . On trouvera aux chapitres III et IV d'autres vérifications indirectes de la validité de l'application de la relation I.12 qui définit la température de contact brusque.

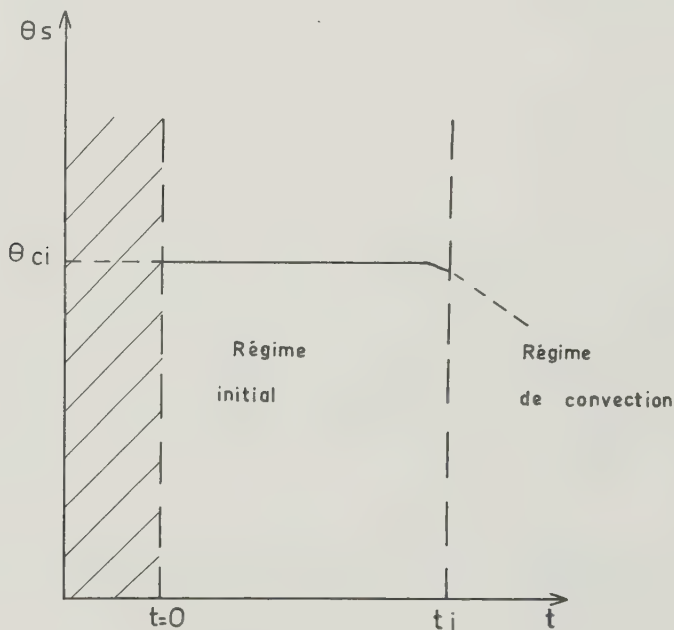


FIGURE II.1

Schéma représentant l'évolution, en fonction du temps, de la température θ_s de la surface pendant le régime initial.

I.1 Définition et détermination de la durée du régime initial

Appliquée à un milieu fini, l'équation de la chaleur conduit à attribuer une durée nulle au régime initial de trempe, c'est-à-dire à la période pendant laquelle la température conserve la valeur constante θ_{ci} (figure II.1). Pratiquement, il faut considérer que le signal qui atteint les frontières de l'un ou l'autre milieu a une amplitude si faible qu'il n'est pas possible de le déceler par les moyens dont nous disposons. Nous définirons donc, de façon certainement un peu arbitraire, la durée du régime initial par le temps t_i qui est nécessaire pour que le signal thermique émis par la surface soit décelable par notre couple thermoélectrique au centre C de l'éprouvette qui joue le rôle de frontière, parce que c'est le point de rencontre de tous les signaux thermiques émis par les points de la surface cylindrique qui sont contenus dans le plan médian de l'éprouvette. Le bac de trempe est en effet très grand par rapport à l'éprouvette et le signal thermique ne parvient à sa limite que très longtemps après avoir atteint le centre de l'éprouvette. Le diamètre de l'éprouvette est donc le facteur déterminant de la durée du régime initial.

I.1.1 Détermination expérimentale

Dans le cas où nous utilisons un oscillographe cathodique comme enregistreur, l'instant précis de l'immersion complète de l'échantillon dans le liquide de trempe est enregistré grâce à un contacteur qui court-circuite les bornes de l'oscillographe. Dans le cas de l'enregistreur galvanométrique à suiveur de spot, un stylet spécial inscrit le signal émis par le contacteur. C'est la sensibilité de notre chaîne de mesure et d'enregistrement qui définit la fin du régime initial de façon précise. Nous apprécions,

de façon sûre, un abaissement de température de 2°C . Nous admettons donc que le régime initial de trempe est terminé lorsque la température θ_c , au centre de l'éprouvette, s'est abaissée de 2°C .

Résultats

Nos mesures ont été effectuées sur les courbes expérimentales de la figure II.2 qui ont été enregistrées à l'aide

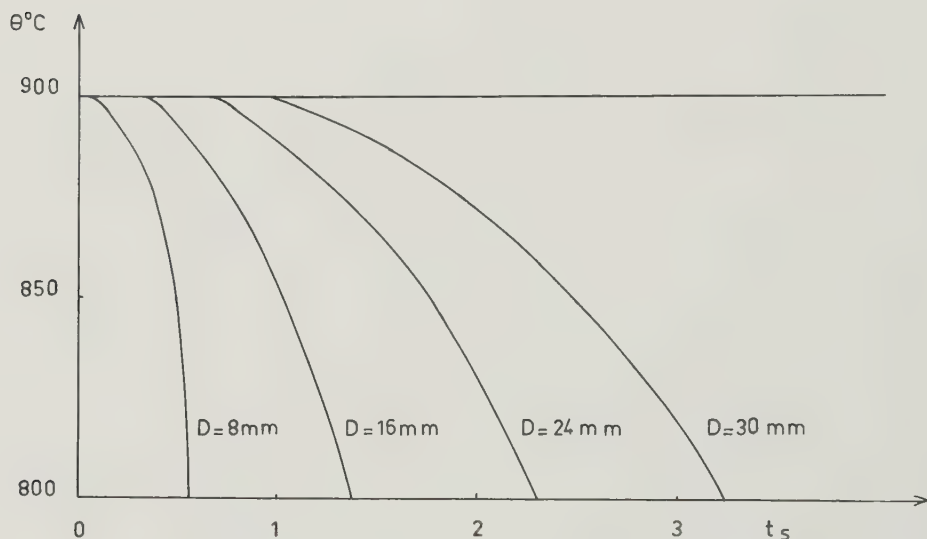


FIGURE II.2

Courbes de début de refroidissement température-temps du centre d'éprouvettes cylindriques en nickel de 8, 16, 24 et 30 mm de diamètre et de longueur égale à trois fois ce dernier, trempées depuis 900°C dans de l'étain liquide à 300°C .

d'un galvanomètre à suiveur de spot, au cours de trempes, à partir de 900°C, d'échantillons de nickel dans un bain d'étain maintenu à 300°C. La sensibilité de mesure des temps est de 0,05 s, quel que soit le diamètre de l'éprouvette. Nous utilisons la sensibilité de 0,5 mm/°C, ce qui nous conduit à décaler l'origine des températures en appliquant une force contre électromotrice de compensation. Le tableau II.A donne les résultats obtenus pour quatre diamètres d'éprouvette.

Tableau II.A

D en mm	8	16	24	30
t_i en secondes	0,10	0,40	0,75	1,10

Nous sommes limités, du côté des faibles diamètres de nos éprouvette homothétiques, par la valeur très faible de t_i qui est alors du même ordre de grandeur que les erreurs de mesure. Dans le cas des grosses éprouvettes, nous nous heurtons aux difficultés qu'entraînerait l'emploi d'un bac de trempe d'un volume suffisant pour que le signal thermique émis par la surface de l'éprouvette ne parvienne aux parois du bac que longtemps après qu'il soit perçu par le couple thermoélectrique placé au centre C de l'éprouvette. De plus, on pourrait craindre qu'un processus de convection le long de la surface de l'éprouvette ait le temps de s'établir avant que le signal thermique de contact ne soit parvenu au centre.

I.1.2 Calcul

Nous prenons pour origine des temps l'instant $t = 0$ indiqué sur la figure II.1, très voisin de l'instant du contact brusque. A cet instant, la surface est à la température θ_{ci} . Il faut

donc résoudre un problème de conduction à l'intérieur de l'éprouvette dont la température est uniforme et possède la valeur θ_0 , température initiale de trempe et la surface est à la température θ_{ci} .

Il suffit d'appliquer la relation (I.4) qui donne θ en fonction de x et de t dans un milieu dont la frontière perçoit un signal thermique d'amplitude $\theta_0 - \theta_{ci}$.

Cette relation s'écrit :

$$\theta(x, t) = \theta_{ci} + \frac{\theta_0}{\sqrt{\pi}} \int_0^{\frac{x}{2\sqrt{\frac{\lambda}{c\rho}t}}} \exp. - \xi^2 d\xi$$

II.1

$$\theta(x, t) = \theta_{ci} + \theta_0 \operatorname{erf} \frac{x}{2\sqrt{\frac{\lambda}{c\rho}t}}$$

Nous devons chercher pour quelle valeur de t l'amortissement A du signal thermique a une valeur choisie d'avance, que nous prendrons égale à la sensibilité de notre chaîne de mesure. Il vient :

$$\theta(x, t) = (1 - A) (\theta_0 - \theta_{ci}) + \theta_{ci}$$

ce qui donne, d'après la relation (II.1) :

$$\operatorname{erf} \frac{x}{2\sqrt{\frac{\lambda}{c\rho}t_i}} = 1 - A$$

Nous prenons

$$A = \frac{2}{\theta_0 - \theta_{ci}} \quad \text{d'où :}$$

$$\frac{x}{2\sqrt{\frac{\lambda}{c\rho}t_i}} = 1,95$$

II.2,

$$t_i = \frac{c x^2 \rho}{15,21 \lambda}$$

Nous avons calculé la valeur de t_i obtenue en fonction de la distance x du point considéré à la surface où apparaît le signal. Nous avons tracé la courbe correspondante (figure II.3).

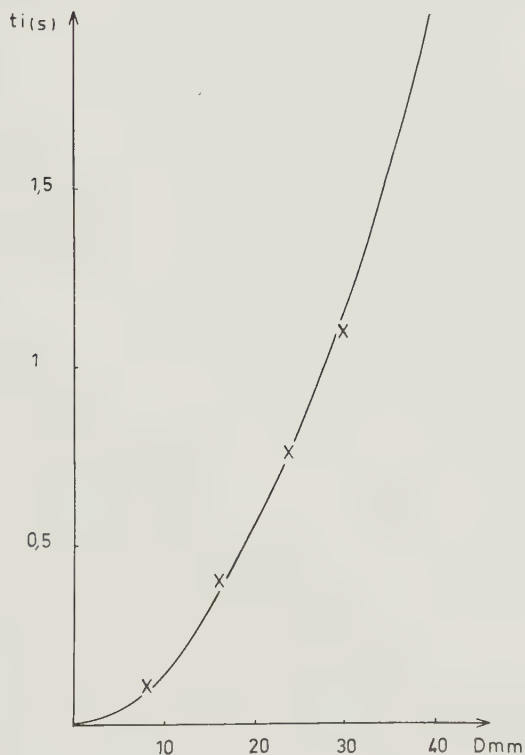


FIGURE II.3

Variations de la durée du régime initial en fonction du diamètre d'éprouvettes cylindriques en nickel. Les points représentent la durée déterminée à l'aide des expériences de la figure II.2

Ces valeurs sont obtenues en admettant que le signal thermique apparaît à la surface de contact NiO-étain mais que la masse de l'éprouvette est constituée uniquement de nickel. La présence d'une pellicule d'oxyde d'étain entre NiO et l'étain ne modifierait que très peu la durée du régime initial parce que les effusivités E_{Sn} et E_{SnO} sont assez voisines, avec les valeurs respectives de 109 et 96 k.cal ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)m⁻². h^{-1/2}. Il en résulte un allongement, non mesurable, de la durée du régime initial.

I.1.3 Discussion

Si nous comparons nos résultats expérimentaux avec les données du calcul (points et courbe de la figure II.3), nous observons un excellent accord. Les durées expérimentales dépassent cependant très légèrement les valeurs calculées dans le cas de la trempe des éprouvettes de diamètre inférieur à 20 mm (tableau II.B)

Tableau II.B

D en mm	8	16	24	30
t_i en secondes mesuré	0,10	0,40	0,75	1,10
t_i calculé	0,086	0,36	0,77	1,15

Nous voyons deux phénomènes qui seraient séparément ou simultanément susceptibles d'expliquer cette petite différence entre les valeurs de t_i calculées et les valeurs mesurées :

- des anomalies dans la valeur de la température au voisinage de la surface, analogues à celles mises en évidence par Jacq (16).
- l'inertie du couple thermoélectrique qui peut être

caractérisée par la constante de temps (10) définie par la relation :

$$\text{II.3} \quad \frac{r \rho c}{3h} \frac{d\theta}{dt} + \theta(t) = \theta'(t)$$

$\theta(t)$ représente la température de la soudure du couple.

$\theta'(t)$ est la température réelle du point où l'on fait la mesure.

h le coefficient de passage de la chaleur entre l'éprouvette et le couple

r le rayon de la soudure du couple, supposée sphérique.

Dans nos expériences, la constante de temps atteint, dans le cas le plus défavorable, une valeur de 0,1 s.

La relation II.3 devient :

$$\text{II.3 a} \quad \theta'(t) - 0,1 \frac{d\theta}{dt} = \theta(t)$$

Rappelons que, par convention, nous définissons la limite du régime initial comme l'instant où la température mesurée au centre de l'éprouvette est $(\theta_0 - 2)$. La figure II.2 montre que, pour une éprouvette de 24 mm de diamètre, la vitesse de refroidissement est, à cet instant, de 22°/s.

La relation (II.3a) montre que le couple indique alors une température supérieure de 1°C à la température réelle ce qui, d'après la figure II.2, correspond à un retard de 0,035 s.

I.2 Calcul de la température θ_{ci} de contact brusque

A l'instant de l'immersion, la surface géométrique constituée par la surface extérieure de l'éprouvette métallique est

mise brutalement au contact du fluide de refroidissement, constitué par de l'étain, fondu et maintenu à 300°C, dont la tension de vapeur est négligeable.

Le tableau II.C donne les valeurs de θ_{ci} obtenues par trempe, depuis $\theta_0 = 900^\circ\text{C}$, d'éprouvettes de différentes natures.

Tableau II.C

Métal et état de surface	Effusivité superficielle MKH	θ_{ci} en °C
Ni	256	721
Ni + NiO	74	542
Constantan	128	624
Ag	468	785

Le régime initial caractéristique de la trempe présente une durée très appréciable qui correspond à deux phases : la première est l'établissement de la température de contact θ_{ci} qui produit le signal thermique ; la seconde est la période nécessaire pour que ce signal parvienne au centre de l'éprouvette.

Le bon accord entre l'expérience et le calcul, fait dans l'hypothèse où la relation I.12 est applicable, constitue une première justification de la validité de cette hypothèse dans le cas de la trempe des métaux.

I.3 Calcul du flux de chaleur traversant la surface de l'éprouvette pendant le régime initial

La prise de contact entre les deux milieux se traduit, en principe, par l'établissement immédiat de la température θ_{ci}

à leur surface de contact. En fait, la théorie classique de la chaleur prévoit que la densité du flux de chaleur traversant la surface tend vers l'infini lorsque t tend vers zéro.

D'après la relation I.2, on peut écrire :

$$\theta(x, t) = \frac{1}{2\sqrt{\pi}} \sqrt{\frac{c\theta}{\lambda t}} \int_{-\infty}^{+\infty} \exp. - (x - x')^2 \frac{c\theta}{4\lambda t} f(x) dx$$

À la surface où $x' = 0$, la relation de Fourier donne :

$$\text{II.4} \quad \varphi = - \lambda \left(\frac{\partial \theta}{\partial x} \right)_{x=0} = \frac{1}{2\sqrt{\pi}} \sqrt{\frac{c\theta}{\lambda t}} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{c\theta}{2\lambda t} \exp. - x^2 \frac{c\theta}{\lambda t} f(x) dx$$

Avant la mise en contact, les deux milieux sont au repos thermique, chacun se trouvant à une température constante. Nous choisissons, comme nous l'avons indiqué au paragraphe I, l'instant où la température de la surface $\theta_S = \theta_{ci}$ comme instant initial. A cet instant, la masse métal est à la température θ_o tandis que sa surface est portée puis maintenue à la température $\theta = \theta_{ci}$ qui lui est imposée par son contact avec le liquide.

On montre alors (9) que la densité de flux de chaleur qui traverse la surface s'écrit :

$$\text{II.5} \quad \frac{\varphi}{S} = \frac{\theta_o - \theta_{ci}}{\sqrt{\pi}} \sqrt{\lambda c \rho} \frac{1}{\sqrt{t}}$$

Cette densité tend bien vers une valeur infinie quand t tend vers 0. Pendant toute la durée du régime initial, la température de la surface d'échange de la chaleur est constante. Comme il ne peut se produire ni accumulation ni disparition de chaleur à la surface, la densité de flux de chaleur est identique dans les deux milieux, au voisinage immédiat de la surface.

L'écart de température s'écrit $(\theta_{ci} - \theta_L)$ dans le liquide et $(\theta_o - \theta_{ci})$ dans le solide. Ces deux écarts de température sont pratiquement constants aussi longtemps que le signal thermique n'atteint pas une valeur mesurable à la limite de l'un ou de l'autre des milieux.

Nous pouvons écrire :

$$\text{II.6} \quad \frac{\varphi}{S} = \frac{\theta_o - \theta_{ci}}{\sqrt{\pi}} (\lambda c \rho)_M \frac{1}{\sqrt{t}} = \frac{\theta_{ci} - \theta_L}{\sqrt{\pi}} (\lambda c \rho)_L \frac{1}{\sqrt{t}}$$

$(\lambda c \rho)_M$ représente le coefficient d'arrachement thermique du métal et $(\lambda c \rho)_L$ celui du liquide.

Nous déterminons la fonction $\varphi = f(t)$ pour obtenir (figure II.4) la densité du flux de chaleur φ qui sort de l'éprouvette. La courbe A concerne la trempe d'une éprouvette en nickel, la courbe B celle d'une éprouvette en constantan ($\text{Ni}_{40}, \text{Cu}_{60}$), trempées depuis 900°C dans de l'étain à 300°C . Nous avons arrêté, un peu arbitrairement, le calcul pour $t = 1$ seconde. Il reste valable tant que les conditions d'existence du régime initial sont remplies, ce qui dépend essentiellement de la taille et des propriétés thermiques de l'éprouvette (figure II.3).

Gradient de température à la surface pour les faibles valeurs du temps.

La loi de Fourier permet de calculer le gradient de température qui existe dans le métal aux points $x \approx 0$

Nous écrivons :

$$\left(\frac{\partial \theta}{\partial x}\right)_S = - \frac{\varphi}{\lambda}$$

et nous traçons, à partir des valeurs calculées précédemment pour φ_S ,

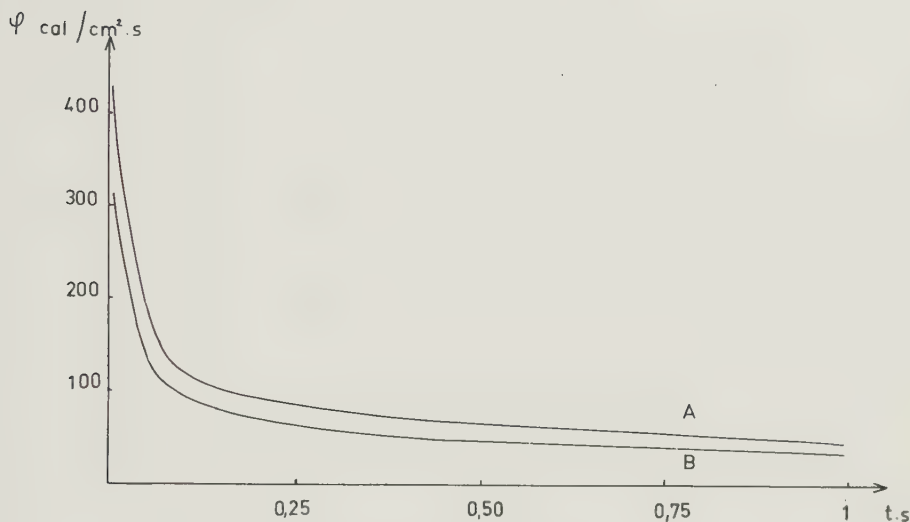


FIGURE II.4

Refroidissement par trempe, depuis $\theta_0 = 900^\circ\text{C}$ dans de l'étain fondu à 300°C , d'éprouvettes métalliques.

A - Variation, en fonction du temps, de la densité de flux de chaleur dans une éprouvette en nickel.

B - Variation, en fonction du temps, de la densité de flux de chaleur dans une éprouvette en constantan.

la courbe de variations du gradient de température au voisinage de la surface, pour le nickel et le constantan trempés depuis 900°C dans de l'étain à 300°C (figure II.5).

Les courbes des figures II.4 et II.5, mettent clairement en évidence la non validité de l'équation de la chaleur pour les très faibles valeurs du temps. La partie de ces courbes où elles tendent asymptotiquement vers l'axe $t = 0$ ne possède aucune signification physique. Ces courbes présentent un sens dès l'instant où la température de la surface s'est établie à la valeur θ_{ci} (figure II.1).

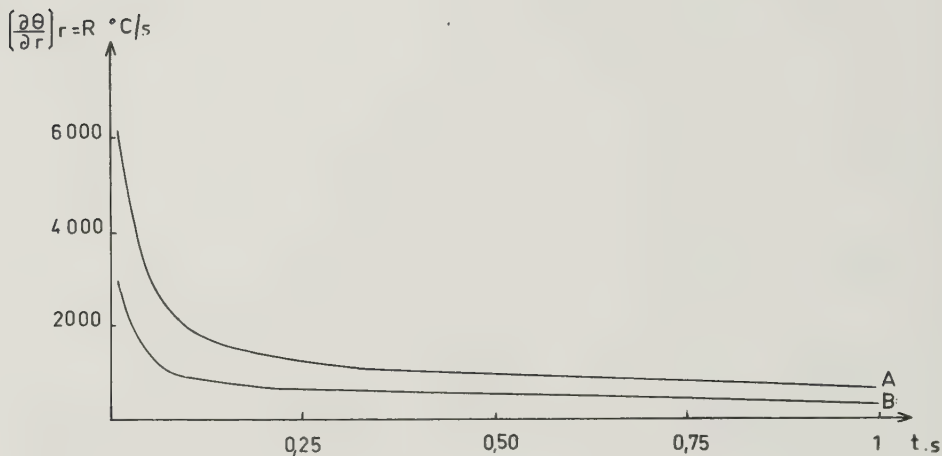


FIGURE II.5

Courbes établies dans les mêmes conditions que celles des courbes de la figure 4 et représentant :

- A - Les variations, en fonction du temps, du gradient de température à la surface de l'éprouvette en nickel.
- B - Les variations, en fonction du temps, du gradient de température à la surface de l'éprouvette en constantan.

Cette définition est théoriquement très précise bien que nos moyens expérimentaux actuels permettent seulement d'attribuer à cet instant une position sur l'axe des temps qui est encore très éloignée de la position vraie, mais présente l'avantage d'assurer une large marge de sécurité.

I.4 Influence des propriétés superficielles de l'éprouvette sur le régime de refroidissement

Pendant la première étape du refroidissement, les

propriétés superficielles de l'éprouvette jouent un rôle important qui détermine en fait toute la suite du refroidissement de l'éprouvette parce qu'elles définissent la température la plus élevée que la surface peut atteindre pendant la trempe et, de ce fait, la densité maximale de flux de chaleur susceptible de traverser la surface de l'éprouvette. Le rôle joué par ces propriétés est souvent négligé, bien que, pratiquement, les lois de refroidissement subies par une même éprouvette avant ou après oxydation, soient très différentes. Cette différence tient moins au rôle d'écran thermique joué par l'oxyde qui se trouve souvent sous la forme d'une pellicule très mince, qu'à l'abaissement très important de la température de contact θ_{ci} . L'effusivité $E = \sqrt{\lambda c \rho}$, propriété essentiellement superficielle, joue ici un rôle important, alors que la diffusivité joue un rôle négligeable par suite de la finesse de la couche.

En effet, quand on établit brutalement un contact entre une éprouvette en nickel dont la surface est oxydée et un bain d'étain fondu, porté à 300°C, le signal thermique atteint une amplitude de 2°C au bout d'un temps que l'on peut lire sur la courbe II.3. Comme le signal thermique superficiel est lié aux valeurs de l'effusivité E, caractéristiques de chaque milieu, il est intéressant de déterminer l'influence de la nature de la surface de l'éprouvette sur la durée du régime initial tel que nous proposons de le définir et, également, sur la suite du refroidissement.

Les courbes représentées sur la figure II.6 permettent de comparer les lois de refroidissement d'un même cylindre de nickel, lorsqu'il est couvert ou non par un film mince de NiO. L'éprouvette a un diamètre de 16 mm et une hauteur de 24 mm. Elle est chauffée sous vide à 400°C, puis trempée, également sous vide, dans un bain d'alliage de Wood maintenu à 95°C. A cette température, la tension

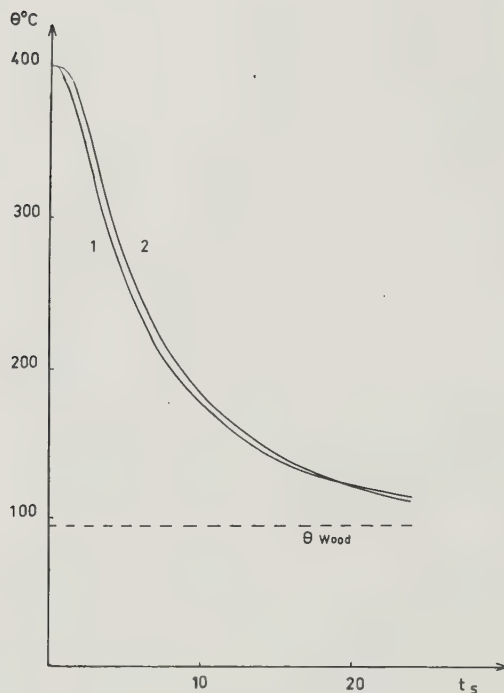


FIGURE II.6

Variations, en fonction du temps, de la température θ d'éprouvettes en nickel de 16 mm de diamètre et 24mm $\frac{C}{C}$ de hauteur, trempées depuis $\theta_o = 400^\circ C$ dans de l'alliage de Wood fondu, maintenu à $95^\circ C$.

- 1 - courbe pour une éprouvette oxydée
- 2 - courbe pour la même éprouvette non oxydée

de vapeur de l'alliage est négligeable et il ne se forme pratiquement pas de couche de caléfaction. Dans le cas où la surface de nickel est exempte d'oxyde, on a $E_{Ni} = 259 \text{ k.cal.}(\text{°C}^{-1}).\text{m}^{-2}.\text{h}^{-\frac{1}{2}}$ et pour la durée du régime initial $t_i = 0,50 \text{ s.}$, dans celui où la surface est recouverte d'un film d'oxyde, $E_{NiO} = 74$ et $t_i = 0,40 \text{ s.}$

On voit que la durée du régime initial est plus faible lorsque l'éprouvette est oxydée, ce qui est en accord qualitatif avec les ordres de grandeur des effusivités du nickel et de son oxyde. Cependant, lorsque nous effectuons le calcul, nous trouvons, pour l'effusivité du liquide, des valeurs un peu différentes entre elles, mais très différentes de celles que l'on peut calculer pour l'alliage de Wood.

Dans le cas de l'éprouvette non oxydée, nous trouvons en effet $E_L = 71 \text{ k.cal.}(\text{°C})^{-1} \text{ m}^{-2} \cdot \text{h}^{-\frac{1}{2}}$ et dans celui de l'éprouvette oxydée $E_L = 83$, alors que l'effusivité de l'alliage de Wood fondu est $E_W = 213$. Nous pensons que cette divergence provient du fait que l'alliage de Wood est lui-même légèrement oxydé. Par contre, la différence des valeurs expérimentales de $\frac{E_L}{\rho}$ n'est peut être pas significative parce que nos enregistreurs ne nous permettent qu'une précision de $\pm 0,05 \text{ s.}$ sur t_i .

I.5 Calcul de l'écart de température $\theta_C - \theta_S$ dans l'éprouvette pendant le régime initial de trempe

Pendant toute la durée du régime initial, la température θ_C au centre de l'éprouvette reste égale à la température initiale de trempe θ_o et la température θ_S à la température θ_{ci} de contact initial.

Nous avons calculé cette température dans le cas de la trempe dans un bain d'étain fondu, maintenu à 300°C , d'éprouvettes d'argent, de nickel nu, de nickel couvert de NiO et de constantan. Les résultats de ce calcul figurent au tableau II.D. Ces résultats sont indépendants de la forme et de la taille de l'éprouvette, tant que celle-ci n'est pas trop grosse. Dans le cas des grosses éprouvettes, il y a en effet un chevauchement entre le régime initial et le régime de convection qui est dû au retard

d'arrivée au centre du signal thermique. Les seuls facteurs importants sont la température initiale de trempe θ_o , la température du liquide θ_L , le coefficient d'arrachement thermique E de la surface du solide et le coefficient d'arrachement thermique E_L du liquide. Le tableau II.D fait apparaître en particulier le rôle important que joue l'état physico-chimique de la surface du solide qui est représenté par le coefficient E . La présence, à la surface du nickel, d'effusivité $E_{Ni} = 259$ unités MKH, d'un film mince d'oxyde d'effusivité $E_{NiO} = 74$ unités MKH, fait passer de 180 à 360°C l'écart de température $\Delta\theta_S^C$. Cette propriété est liée surtout à la grande différence des valeurs de la conductivité thermique du nickel $\lambda_{Ni} = 54 \text{ k.cal.}(\text{°C})^{-1}\text{m.}^{-1}\text{h}^{-1}$ et de son oxyde $\lambda_{NiO} = 4,3$. Il résulte de cette différence une localisation de l'écart de température dans la couche d'oxyde. En réalité, cette localisation n'est très importante que si la couche d'oxyde est épaisse, ce qui n'est pas le cas pour NiO. Cependant, nous utiliserons cette propriété, dans le cas des liquides vaporisables, en couvrant la surface par un film suffisamment épais pour qu'une fraction non négligeable de l'écart de température soit effectivement localisée dans ce film.

Tableau II.D

Nature de la surface de l'éprouvette	Températures initiales		$E = \sqrt{\lambda c \rho}$ de la surface (en unités MKH)	$\theta_S = \theta_{ci}$	Ecart maximal $\Delta\theta = \theta_o - \theta_{ci}$
	du liquide	du métal			
Ag	300	900	463	786	114
Ni-Cu	300	900	128	624	276
Ni	300	900	259	721	179
NiO	300	900	74	542	358

II. REGIME DE REFROIDISSEMENT A TEMPERATURE PARIETALE NON STATIONNAIRE

Il faut un certain temps pour que les mécanismes de convection s'amorcent, puisque leur apparition nécessite l'échauffement d'une certaine masse de liquide. C'est pour cette raison que, dans le cas d'éprouvettes pas trop grosses, on peut considérer que seule la conduction intervient au cours du régime initial. Lorsque cette période est écoulée, les mouvements de convection s'établissent le long de la surface de l'éprouvette et le contact solide-liquide est ainsi renouvelé de façon permanente. La température pariétale du solide s'abaisse, alors que la température du liquide reste pratiquement constante (I.1).

Il faut donc définir un coefficient global de transfert h dès que l'on passe du régime initial au refroidissement à température pariétale non stationnaire. Ce coefficient est lié à la conduction dans l'éprouvette par la condition qu'il ne s'accumule pas ou ne disparaisse pas de chaleur à la surface de contact :

$$h(\theta_{ci} - \theta_L) = - \lambda_S \left(\frac{\partial \theta}{\partial x} \right)_S$$

Loi de Newton dans le liquide	Loi de Fourier dans le solide
-------------------------------	-------------------------------

Ce régime de refroidissement, dont nous avons défini le début dans le solide où il s'établit un transfert par conduction, ne correspond pas nécessairement à un mouvement convectif dans le liquide. Dans le cas des petites éprouvettes, où t_i atteint une valeur très faible, le régime à température pariétale variable peut commencer avant que le transfert par convection ne soit amorcé dans le liquide et le début du refroidissement à température pariétale non stationnaire est réduit, dans le liquide, à un transfert

par conduction. Dans le cas des grosses éprouvettes, on se trouve dans la situation opposée.

En donnant à la durée du régime initial une définition indépendante des processus de transfert de la chaleur ultérieurs, nous avons donné une définition qui s'applique aussi bien au cas des liquides vaporisables qu'à celui des liquides non vaporisables.

II.1 Evolution de la température pariétale

Il pourrait se présenter deux cas suivant que le signal thermique émis par la surface atteint d'abord les limites de l'éprouvette ou celles du bain de trempe. En pratique, nous avons utilisé, dans toutes nos expériences, des bacs de dimensions très largement supérieures à celles de l'éprouvette. Pour tremper un cylindre de 8 mm de diamètre, nous utilisons en effet un bac cylindrique de 60 mm de diamètre. Le signal thermique apparaît à 4 mm de l'axe de révolution commun au bac et à l'éprouvette, c'est-à-dire à 26 mm de la paroi du bac. Le bain est donc assimilable à un milieu infini pendant toute la durée du régime initial, puisque le signal thermique ne peut atteindre ses limites, du moins pendant cette période de la trempe. Il en résulte que la température θ_s de la surface de l'éprouvette diminue jusqu'à ce que l'équilibre thermique soit réalisé entre l'éprouvette et le liquide de trempe.

En résumé, au début du régime à température pariétale non stationnaire, il existe trois températures quasi-stationnaires : l'une est localisée sur l'axe de l'éprouvette, l'autre à sa surface et la troisième est établie dans la masse de liquide.

Dès que le temps est supérieur à t_l , ces températures, sauf celle de la masse de liquide, En particulier,

la température pariétale θ_S n'est plus calculable par la formule (I.12). Elle est déterminée par le transfert de chaleur entre les deux milieux qui peut être défini par le coefficient de passage h caractéristique de la convection du liquide le long de la surface. Elle perd son caractère déterminant de l'instant initial pour évoluer en fonction des propriétés du système éprouvette-liquide, notamment des variables d'intensité qui, pour un métal donné, dépendent de la forme et des dimensions de l'éprouvette et du bac de trempe.

II.2 Refroidissement de l'ensemble de l'éprouvette

La quantité de chaleur apportée par l'éprouvette provoque un échauffement du liquide qui produit des différences de densité entre les zones chaudes et les zones froides. Sous l'action de la poussée d'Archimède, il s'établit un mouvement convectif du fluide qui remonte le long de la paroi verticale de l'éprouvette, au fur et à mesure de son échauffement. Il se produit ainsi un effet de thermosiphon dont le résultat est l'accumulation à la surface du bain d'une couche de liquide plus chaud dont l'épaisseur varie suivant les dimensions du bac de trempe (11).

II.2.1 Mode d'écoulement du liquide le long de l'éprouvette

Pour de l'oxyde NiO, trempé depuis 900°C dans de l'étain à 300°C, nous avons calculé qu'à l'instant initial, la température superficielle est de 542°C. La quantité $(\theta_{ci} - \theta_L)$ vaut donc 358°C. On sait que c'est le nombre sans dimensions de Grashof N_{Gr} qui permet de distinguer le régime d'écoulement du liquide (17).

II.7 Il s'écrit :

$$N_{Gr} = \frac{L^3 \rho^2 g (\theta_S - \theta_L) \alpha}{\mu^2}$$

Appliquée à un cylindre de hauteur $L = 24 \text{ mm}$, trempé dans de l'étain fondu, dont la densité ρ vaut $6,95 \text{ g/cm}^3$, le coefficient de dilatation sous pression constante $\alpha = 0,10 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^\circ\text{C}^{-1}$ et la viscosité $\mu = 1,05 \cdot 10^{-2} \text{ Poises}$ à 300°C , en prenant pour $\theta_S - \theta_L = 358^\circ\text{C}$, elle donne :

$$N_{Gr} = 1,55 \cdot 10^5$$

L'écoulement du liquide se fait en régime laminaire, puisque la valeur critique de passage du régime laminaire au régime turbulent est supérieure à $4 \cdot 10^8$ (17).

Dans ces considérations nous n'avons évidemment pas tenu compte des turbulences qui peuvent intervenir à l'instant de l'immersion de l'éprouvette dans le bain.

On peut donc considérer que c'est uniquement la convection naturelle qui assure l'écoulement du liquide le long de la paroi.

II.2.2 Coefficient de transfert de la chaleur entre l'éprouvette et le liquide

Bigot a appliqué la formule d'Eckert (18), complétée par un terme de rayonnement, au calcul de la vitesse de refroidissement $\frac{d\theta}{dt}$ d'un cylindre de nickel trempé à l'air. Il suppose que l'éprouvette est à une température uniforme ce qui, dans le cas particulier des refroidissements lents réalisés par trempe à l'air est certainement une approximation valable. Il a obtenu ainsi un accord suffisant entre ses résultats expérimentaux et les résultats de ses calculs (10).

Cependant, cette approximation devient tout à fait

insuffisante dans le cas de la trempe dans un liquide. Il faut alors tenir compte des gradients de température créés dans le métal par le refroidissement et également de leurs variations en fonction du temps. En fait, la connaissance des variations de la température pariétale θ_S en fonction du temps suffit pour résoudre le problème.

Calcul du coefficient h de transfert

On détermine $\underline{h}$ à partir du nombre de Nusselt N_{Nu} qui s'écrit :

$$II.8 \quad N_{Nu} = \frac{hL}{\lambda}$$

$\underline{L}$ est la hauteur de la paroi et $\underline{\lambda}$ la conductivité thermique du liquide.

D'autre part, le nombre de Nusselt est défini à partir des nombres de Grashof, N_{Gr} et de Prandtl, N_{Pr} par la relation :

$$II.9 \quad N_{Nu} = C \left[N_{Pr} \cdot N_{Gr} \right]^n$$

$\underline{C}$ et $\underline{n}$ ont été calculés par Weise et Saunders (19) dans le cas de plaques et de cylindres verticaux de faible hauteur. Ils ont tracé une courbe qui donne N_{Nu} en fonction du produit $N_{Gr} \cdot N_{Pr}$. Nous avons utilisé cette courbe pour établir le tableau II.4 qui donne les valeurs de $\underline{h}$ pour différentes valeurs de la température de la surface θ_S .

Calcul de la vitesse moyenne de refroidissement

Nous passons ensuite de $\underline{h}$ aux vitesses de refroidissement moyennes $\left(\frac{d\theta}{dt}\right)_m$ à l'aide de la formule :

II.10

$$\left(\frac{d\theta}{dt}\right)_m = \frac{h(\theta_S - \theta_L)}{\rho V_C}$$

Tableau II.E

θ_S	$N_{Gr} \times 10^5$	$N_{Pr} \times 10^{-2}$	$N_{Gr} \cdot N_{Pr} \times 10^3$	N_{Nu}	h
800	3,26	0,75	2,44	4,68	0,158
700	2,61	0,75	1,95	4,52	0,150
600	1,95	0,75	1,46	4,27	0,142
500	1,30	0,75	0,97	3,99	0,132
400	0,65	0,75	0,48	3,64	0,121

pour des éprouvettes de 24 mm de hauteur et de diamètres respectifs de 8 et 16 mm.

Nos résultats sont rassemblés au tableau II.F

Tableau II.F

$\theta_S \text{ } ^\circ\text{C}$	800	700	600	500	400
$\left(\frac{d\theta}{dt}\right)_m \text{ } ^\circ\text{C/s. 8 mm}$	376	285	202	125	57
$\left(\frac{d\theta}{dt}\right)_m \text{ } ^\circ\text{C/s. 16 mm}$	210	160	113	70	32

II.2.3 Loi expérimentale de refroidissement. Discussion

Nous avons vérifié par l'expérience les résultats de calcul rassemblés au tableau II.F.

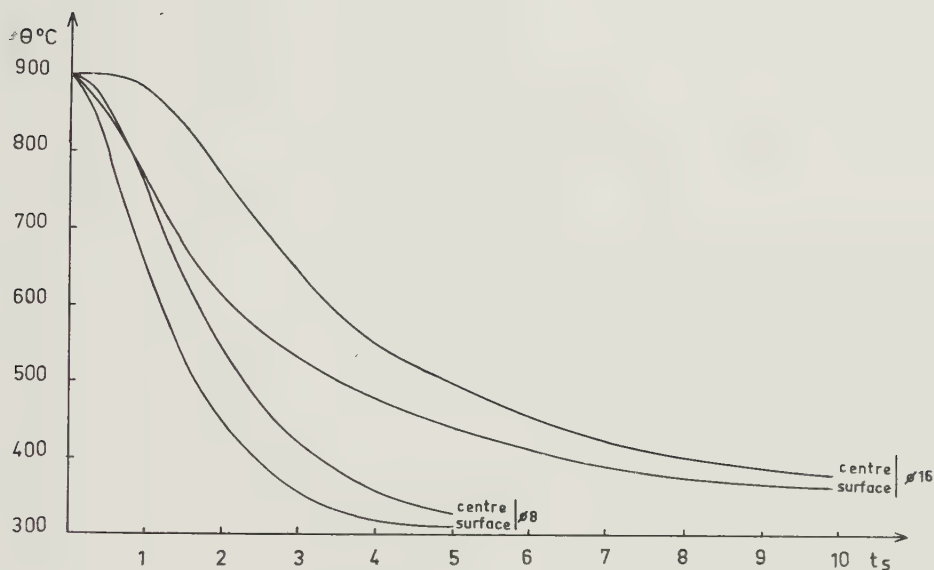


FIGURE II.7

Variations, en fonction du temps, de la température θ_C et de la température θ_S d'éprouvettes cylindriques en $\underline{\text{nickel}}$ de $\phi = 8$ et $\underline{S} = 16$ mm et $h = 24$ mm, trempées depuis $\theta_o = 900^\circ\text{C}$ dans de l'étain fondu à $\theta_L = 300^\circ\text{C}$

La figure II.7 représente l'évolution, en fonction du temps, des températures θ_C mesurée et θ_S extrapolée, pendant la trempe depuis $\theta_o = 900^\circ\text{C}$, d'éprouvettes métalliques en nickel trempées dans de l'étain à 300°C . La figure II.8 donne les courbes dérivées $\underline{A_1}$ et $\underline{A_2}$ des courbes température moyenne-temps, obtenues elles-mêmes à partir des courbes qui représentent θ_C et θ_S . La température moyenne est déterminée, à chaque instant du refroidissement,

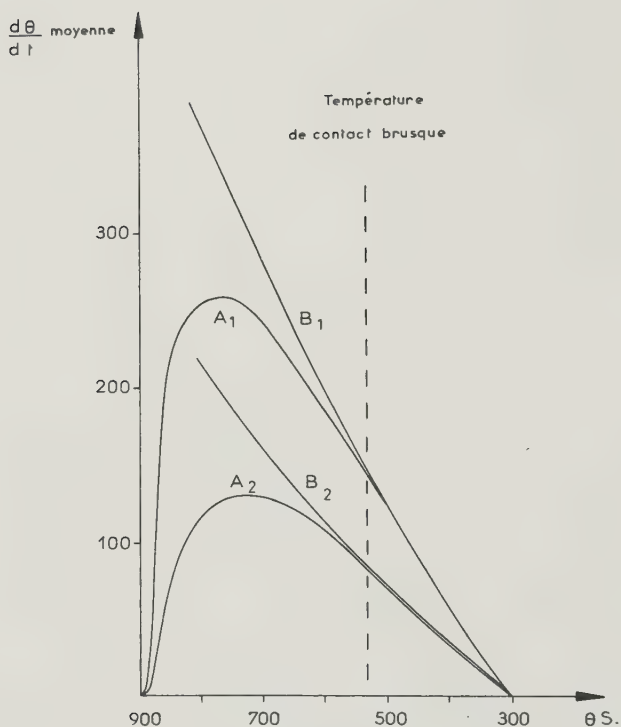


FIGURE II.8

Variations, en fonction de la température de la surface de l'éprouvette, de la vitesse de refroidissement moyenne

A_1 - éprouvette de 8 mm de diamètre

A_2 - éprouvette de 16 mm de diamètre

Les courbes A_1 et A_2 ont été établies expérimentalement.

B_1 - éprouvette de 8 mm de diamètre

B_2 - éprouvette de 16 mm de diamètre

Les courbes B_1 et B_2 ont été calculées à partir des données de Weise et Saunders.

par le procédé décrit au paragraphe I.2.2.

La courbe $\underline{A_1}$ est relative à l'éprouvette de 8 mm de diamètre et la courbe $\underline{A_2}$ à l'éprouvette de 16 mm.

Nous avons tracé sur cette même figure les courbes $\underline{B_1}$ et $\underline{B_2}$, représentant les variations des vitesses moyennes de refroidissement $(\frac{d\theta}{dt})_m$ en fonction de la température $\underline{\theta_S}$ de la surface déterminée suivant la méthode indiquée au paragraphe II.2 du chapitre I.

On voit que les courbes $\underline{A_1}$ et $\underline{B_1}$ d'une part, $\underline{A_2}$ et $\underline{B_2}$ de l'autre, coïncident, dans la limite des erreurs expérimentales, entre 300°C, température du bain d'étain et 540°C, température de contact brusque de l'éprouvette avec le bain d'étain. Au-dessus de cette température, les valeurs mesurées de la vitesse moyenne sont nettement inférieures à celles que donne le calcul. On peut considérer ce résultat comme une nouvelle vérification, évidemment pas très précise, du calcul de la température de contact initial $\underline{\theta_{ci}}$.

L'intérêt de ces courbes réside moins dans l'accord des valeurs absolues de la vitesse obtenues par mesure et par calcul que dans celui de leurs variations. En effet, la valeur absolue calculée pour $(\frac{d\theta}{dt})_m$ dépend de la bonne détermination des propriétés physiques du liquide et de la précision des résultats de Weise et Saunders. Nous considérons l'accord des valeurs absolues obtenu en confrontant nos expériences à la théorie comme particulièrement heureux, bien qu'un peu hasardeux.

La température pariétale $\underline{\theta_S}$ et, de ce fait, les courbes $\underline{A_1}$ et $\underline{A_2}$ n'ont aucune signification physique dans l'intervalle de température 540-900°C car nous avons montré que la température $\underline{\theta_S}$ atteint, dès l'instant initial, la température $\theta_{ci} = 540^\circ\text{C}$. Pour

définir l'abscisse des courbes A_1 et A_2 , nous avons utilisé la méthode d'extrapolation qui, dans le cas particulier où ses conditions aux limites ne sont pas respectées, donne à θ_S une valeur fictive qui décroît en fonction du temps. Il est évident que dans ces conditions, il ne peut y avoir d'accord entre ces courbes et les courbes B_1 et B_2 , calculées pour le même intervalle de températures, mais avec le coefficient h réel correspondant aux températures comprises entre θ_o et θ_{ci} . L'abscisse des courbes A_1 et A_2 possède une signification dans le domaine des températures inférieures à θ_{ci} soit, dans nos conditions expérimentales, quand $\theta_S < \theta_{ci}$.

D'après ces considérations, la courbe qui représente la vitesse de refroidissement, obtenue en considérant le transfert de la chaleur comme un phénomène de convection pure, devrait présenter sa valeur maximale quand la température pariétale fictive atteint 542°C ; il faut cependant, au début du refroidissement, faire intervenir un terme dû à la conduction résultant du gradient de température élevé apparu lors du contact initial.

Pour nous résumer, l'ensemble du refroidissement d'une éprouvette de trempe dans un liquide non vaporisable doit présenter deux régimes qui se divisent chacun en deux phases différentes, comme le montre le tableau suivant :

<u>A - Régime initial</u>	[1 - Etablissement de la température pariétale de contact brusque 2 - Temps de maintien de cette température
<u>B - Régime à température pariétale variable</u>	[1 - Refroidissement par convection à température pariétale perturbée 2 - Refroidissement par convection à température superficielle normale

II.3 Détermination de l'écart maximal de tempéra-

ture $\Delta\theta_{\max.} = \theta_C - \theta_M$ entre le centre et un point voisin de la surface de l'éprouvette

Nous avons montré, au cours de notre description du régime initial de la trempe dans un liquide non vaporisable, que la température pariétale θ_S atteint instantanément la valeur θ_{ci} . Elle reste stationnaire jusqu'à la fin du régime initial, puis elle commence à diminuer. Or, il n'est pas possible de mettre en évidence expérimentalement ces discontinuités dans les variations de θ_S car, comme nous l'avons déjà dit au chapitre I, paragraphe I :

on ne peut pas mesurer à chaque instant la température d'une surface quand elle varie rapidement

si l'on place l'élément de mesure à l'intérieur du métal, il n'est pas possible d'éviter l'effet écran dû à l'épaisseur, si faible soit-elle, du métal qui sépare cet élément de la surface

Toute méthode de calcul de θ_S à partir de points de mesure situés à l'intérieur du métal ne rend pas compte de ces discontinuités des variations de θ_S .

Si, en particulier, on veut utiliser la méthode de calcul mise au point par Russel (20) pour déterminer l'écart maximal de température $\Delta\theta_S^C$, on doit appliquer la relation d'extrapolation I.19 qui permet de le calculer en fonction de la vitesse de refroidissement de la surface, supposée constante.

Or, l'extrapolation, suivant une loi parabolique de θ_M à θ_S , nécessite les deux hypothèses suivantes :

- la température est uniforme à la valeur θ_o , à l'instant initial. On vérifie facilement ce fait à l'aide du couple différentiel d'enregistrement de $\Delta\theta_M^C$.

- la vitesse $(\frac{d\theta}{dt})_S$ est constante. Nous avons vu que la surface même de l'éprouvette, c'est-à-dire l'interface de contact brusque n'obéit pas du tout à une loi de ce genre. Cependant, la couche de métal immédiatement sous-jacente suit nécessairement une loi différente. Si nous considérons, par exemple, les variations de θ_M , on observe (figure II.9) un refroidissement quasiment linéaire pendant plus d'une seconde.

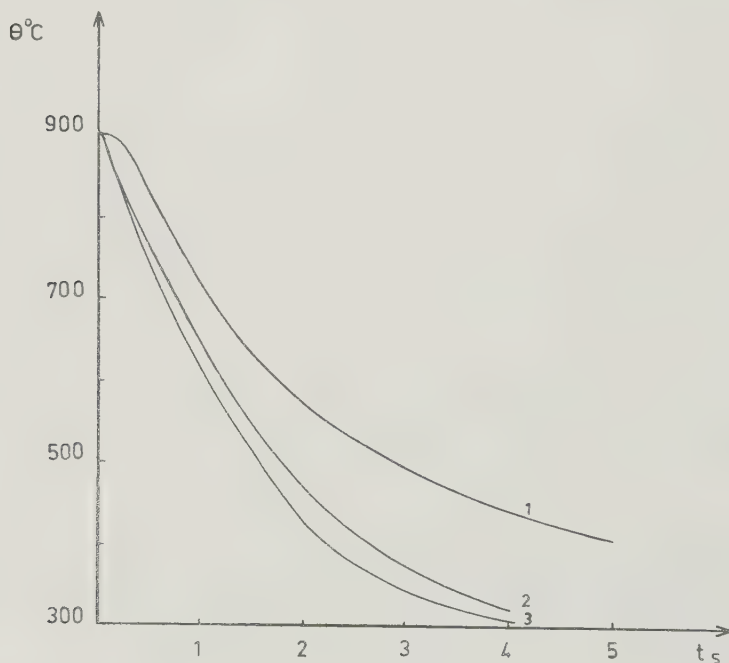


FIGURE II.9

Variations, en fonction du temps, de la température θ_M dans des cylindres, trempés depuis $\theta_0 = 900^\circ\text{C}$ dans de l'étain liquide à 300°C .

- 1 - cylindre en nickel de 16 mm de diamètre
- 2 - cylindre en nickel de 8 mm de diamètre
- 3 - cylindre en constantan de 8 mm de diamètre

Nous allons nous limiter à l'étude du refroidissement d'un cylindre de rayon égal à $\underline{CM}$, en faisant abstraction de la couche qui sépare ce cylindre de la surface.

En utilisant la vitesse de refroidissement $(\frac{d\theta}{dt})_M = K$ pour calculer $\Delta\theta_{M \max}^C$, on obtient donc, en fait, la valeur $\Delta\theta_{\max} = \theta_C - \theta_M$, c'est-à-dire l'écart total $\Delta\theta_S^C$ moins l'écart $\Delta\theta_S^M$. Cependant, avant de calculer $\Delta\theta_{M \max}^C$, il faut vérifier que, lorsqu'il apparaît, le troisième terme de la relation I.15 n'a plus qu'une valeur négligeable ce qui, expérimentalement, se traduit par une vitesse de refroidissement sensiblement égale au centre et en surface ou encore, que la température θ_C a atteint sa vitesse maximale de refroidissement.

Ces conditions sont bien remplies dans des éprouvettes de 8 mm de diamètre et de 24 mm de hauteur. Nous comparons donc l'écart $\Delta\theta_{M \max}^C$ calculé par la méthode de Russel et mesuré expérimentalement.

Pour une éprouvette de cette taille, trempée depuis $\theta_0 = 900^\circ\text{C}$ dans de l'étain fondu puis à $\theta_L = 300^\circ\text{C}$, on mesure $(\frac{d\theta}{dt})_M = 249^\circ\text{C/s}$, d'où l'on déduit par le calcul $\Delta\theta_{M \max}^C = 57,5^\circ\text{C} \pm 5$ contre $\Delta\theta_{M \max}^C = 62^\circ\text{C}$, mesuré directement. (Figure II.10)

Une éprouvette de même forme, en constantan, trempée dans les mêmes conditions nous a permis de mesurer $(\frac{d\theta}{dt})_M = 291^\circ\text{C/s}$, soit $\Delta\theta_{M \max}^C = 111^\circ\text{C}$, contre $\Delta\theta_{M \max}^C = 117^\circ\text{C}$ mesuré directement.

Si on effectue le même calcul pour une éprouvette en nickel de 16 mm de diamètre, on observe (figure II.11) que la vitesse $(\frac{d\theta}{dt})_C$ n'atteint pas sa valeur maximale avant que les variations de la température θ_M ne cessent d'être linéaires. Il existe donc une divergence entre l'écart $\Delta\theta_{M \max}^C$ calculé et celui que

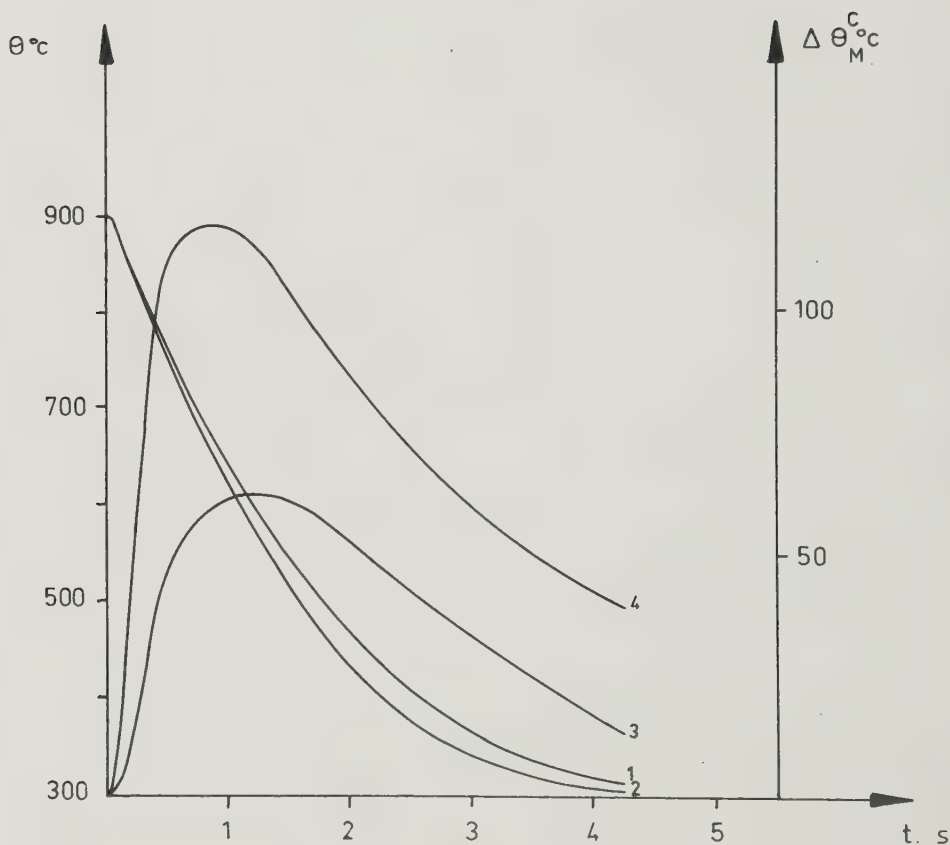


FIGURE II.10

Variations, en fonction du temps, pendant la trempe depuis $\theta_o = 900^\circ\text{C}$ dans de l'étain liquide à 300°C .

- 1 - de la température θ_M dans un cylindre de nickel de 8 mm de diamètre et 24 mm et hauteur
- 2 - de la température θ_M dans un cylindre de constantan de 8 mm de diamètre et 24 mm de hauteur.
- 3 - de l'écart $\Delta\theta_M^C$ dans le cylindre de nickel
- 4 - de l'écart $\Delta\theta_M^C$ dans le cylindre de constantan

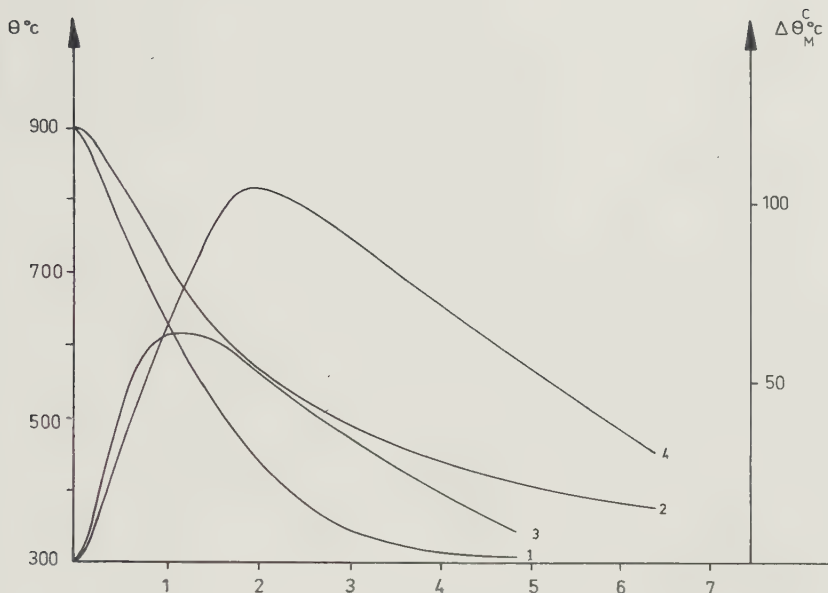


FIGURE II.11

Variations, en fonction du temps, pendant la trempe depuis $\theta_o = 900^{\circ}\text{C}$ dans de l'étain liquide à 300°C .

- 1 - de la température θ_M dans un cylindre de nickel de 8 mm de diamètre et 24 mm de hauteur.
- 2 - de la température θ_M dans un cylindre de nickel homothétique de 16 mm de diamètre
- 3 - de l'écart $\Delta\theta_M^C$ dans le cylindre de 8 mm de diamètre
- 4 - de l'écart $\Delta\theta_M^C$ dans le cylindre de 16 mm de diamètre

nous mesurons. On trouve en effet, par le calcul $\Delta\theta_{C \max}^M = 93,8^{\circ}\text{C} \pm 5$ avec $(\frac{d\theta}{dt}) = 130^{\circ}\text{C/s}$. contre $\Delta\theta_{M \max}^C = 105^{\circ}\text{C} \pm 2$ par l'expérience.

Cette méthode de calcul de la valeur maximale de $\Delta\theta_M^C$ ne semble pouvoir s'appliquer, sauf dans le cas des refroidissements très lents, qu'aux éprouvettes de diamètre inférieur à 10 mm. En

effet, Steven et Mayer (20) ont étudié la trempe à l'air de cylindres d'acier dont les plus petits avaient un diamètre de 25 mm. Ces auteurs estiment pouvoir appliquer la méthode de Russel à tous les refroidissements à l'air de cylindres en acier pour lesquels $D > 25 \text{ mm}$.

En conclusion, la trempe d'une éprouvette métallique dans un liquide non vaporisable permet d'étudier, pendant un laps de temps qui est de l'ordre de la seconde, les phénomènes de prise de contact entre les deux milieux dont les conditions thermiques se maintiennent tant que le signal de contact n'est pas perceptible au centre de l'éprouvette et que la convection du liquide, le long de la paroi, n'est pas amorcée.

Nous avons mis clairement en évidence l'importance des propriétés superficielles de chaque milieu qui interviennent sous la forme des coefficients d'arrachement thermique ou effusivités E .

Le chapitre suivant montre que la vaporisation vient exalter l'influence de ces propriétés superficielles sur le refroidissement.

CHAPITRE III

INFLUENCE DE LA VAPORISATION DU LIQUIDE DE TREMPE SUR LE REFROIDISSEMENT D'UNE EPROUVETTE METALLIQUE

La prise de contact entre une éprouvette portée à haute température et un liquide vaporisable, se fait, le plus souvent, à une température supérieure à sa température de vaporisation. Selon les circonstances, la vaporisation peut se dérouler suivant l'un ou l'autre des deux processus suivants :

- Leidenfrost (1) a distingué, aux plus hautes températures, un régime que l'on peut appeler vaporisation pelliculaire ou en film, ou encore caléfaction. La vapeur se présente alors sous la forme d'un film continu, isolant totalement la surface de l'éprouvette du liquide.

- En dessous d'une certaine température superficielle, appelée ultérieurement "température de Leidenfrost", il se forme, en des points bien déterminés de la surface métallique, des bulles de vapeur. C'est l'annonce du régime d'ébullition nucléée, étendu à toute la surface.

La quantité de chaleur susceptible d'être enlevée à l'éprouvette par le liquide est évidemment fonction du mode de vaporisation.

Dans le cas particulier d'un transfert de chaleur en régime permanent, Nukiyama (2) a étudié les variations, en fonction de la température de la surface d'échange, de la densité de flux de chaleur qui traverse les parois d'un fil métallique chauffé par effet Joule et immergé dans de l'eau bouillante (Figure III.1).

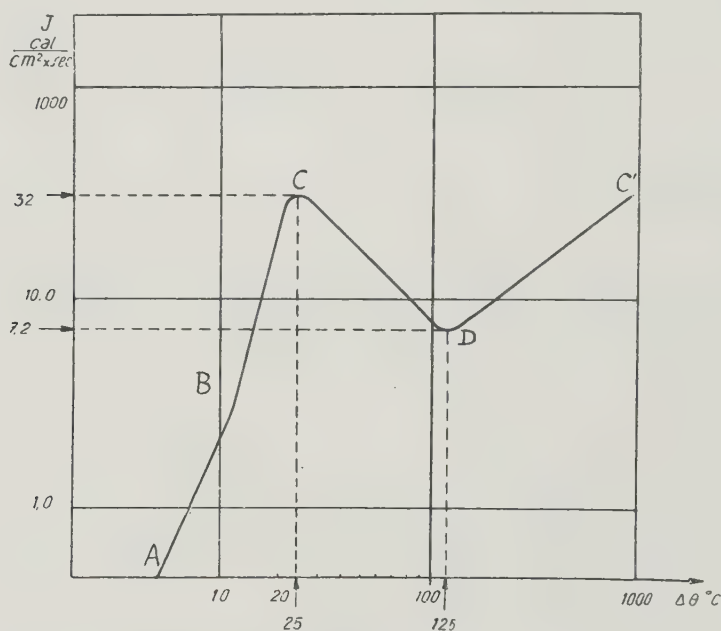


FIGURE III.1

Courbe de Nukiyama. Variations, en fonction de la température de la surface d'échange, de la densité du flux de chaleur à travers les parois d'un fil immergé dans l'eau bouillante.

On voit sur la courbe de Nukiyama, que c'est la température du métal qui, en déterminant le mode de vaporisation, fixe le coefficient de passage de la chaleur du solide au liquide. Lors de la trempe, c'est-à-dire en régime non permanent, le mode de vaporisation du liquide sur la surface de l'éprouvette détermine la vitesse de refroidissement en chaque point de l'éprouvette et, de ce fait, les écarts de température entre les zones superficielles et les zones profondes du métal. Nous modifions successivement les différents paramètres liés au bain de trempe et à l'éprouvette afin de mettre en évidence ceux qui déterminent le mode de vaporisation du liquide ou, plus simplement, ceux qui entraînent la présence, au cours du refroidissement, d'un régime de caléfaction. Reprenant la terminologie proposée par R. Bigot (5), nous appelons "loi de type M", toute loi de refroidissement qui, avec les moyens expérimentaux utilisés, ne présente pas un régime de caléfaction et "lois de type I ou P" les lois de refroidissement avec caléfaction.

I. RESULTATS EXPERIMENTAUX

Nous avons montré au chapitre I que l'emploi d'une méthode différentielle permet de mettre en évidence, de façon très sensible, la présence d'un régime de caléfaction, même éphémère. Nous poursuivons maintenant une série d'expériences destinées à mettre en évidence les facteurs déterminants en les classant en deux catégories selon qu'ils sont liés au liquide de trempe ou à l'éprouvette.

I.1 Facteurs liés à la nature de l'éprouvette

Ces facteurs sont :

- la température initiale de trempe θ_0

- la nature du métal
- l'état de surface de l'éprouvette : état macro et microgéométrique et état physico-chimique.
- la forme et les dimensions de l'éprouvette

Le facteur forme fait l'objet du diplôme de J.M. Jacques (21) et l'état macro et microgéométrique de la surface, de celui de J.C. Chevrier. Nous nous attachons ici à l'étude des quatre autres facteurs.

I.1.1 Température initiale de l'éprouvette

Nous avons trempé dans l'eau à 20°C et depuis des températures initiales de plus en plus élevées, une éprouvette en nickel recouvert d'une fine pellicule d'oxyde NiO, de 8 mm de diamètre et de 24 mm de hauteur.

Nous avons porté sur la figure (III.2b) la valeur maximale de l'écart de température mesuré pour des températures initiales comprises dans l'intervalle $200 < \theta_0 < 900^\circ\text{C}$. Jusqu'à $\theta_0 = 850^\circ\text{C}$, la valeur de l'écart maximal croît avec la température. Au delà de 850°C, on observe une diminution de cet écart maximal, liée à l'apparition d'un phénomène de caléfaction stable. La plus grande valeur mesurée est atteinte pour une trempe depuis 850°C. L'écart maximal vaut alors 200°C. Nos courbes différentielles mettent en évidence des phénomènes de caléfaction, dès l'instant que la température initiale est supérieure à 650°C. Ce sont des courbes de type I, puis P de Bigot (5). Il faut noter que les courbes de refroidissement du centre de l'éprouvette tracées par cet auteur ne permettent pas de déceler le régime de caléfaction à une température aussi basse.

Plus la température initiale de trempe θ_0 est élevée,

plus on stabilise le régime de caléfaction, ce qui se traduit par une diminution concomitante de la vitesse moyenne de refroidissement de l'éprouvette et de l'écart maximal de température.

Ces résultats se retrouvent dans tous les liquides de trempe vaporisables, pris à une température différente de leur température d'ébullition.

I.1.2. Nature du métal qui constitue l'éprouvette

Nous avons trempé des cylindres identiques de 8 mm de diamètre et de 24 mm de hauteur, constitués de métaux de propriétés thermiques très différentes, comme nous l'indiquons dans le tableau III.A, où les différentes grandeurs sont exprimées en unités MKH.

Tableau III.A

Propriétés thermiques	c	ρ	λ	$a = \frac{\lambda}{c \rho}$	$E = \sqrt{\lambda c \rho}$
Constantan	0,094	8900	19,44	0,023	128
Ni	0,14	8900	54	0,043	259
Ag	0,094	10500	342	0,346	463

Les courbes de la figure (III.2), qui représentent pour chacune de ces trois éprouvettes les variations de l'écart maximal de température entre le centre et le voisinage de la surface montrent que, pour une température initiale de trempe donnée θ_0 , l'écart maximal est plus élevé dans l'éprouvette d'argent que dans celle de nickel et surtout dans celle de constantan.

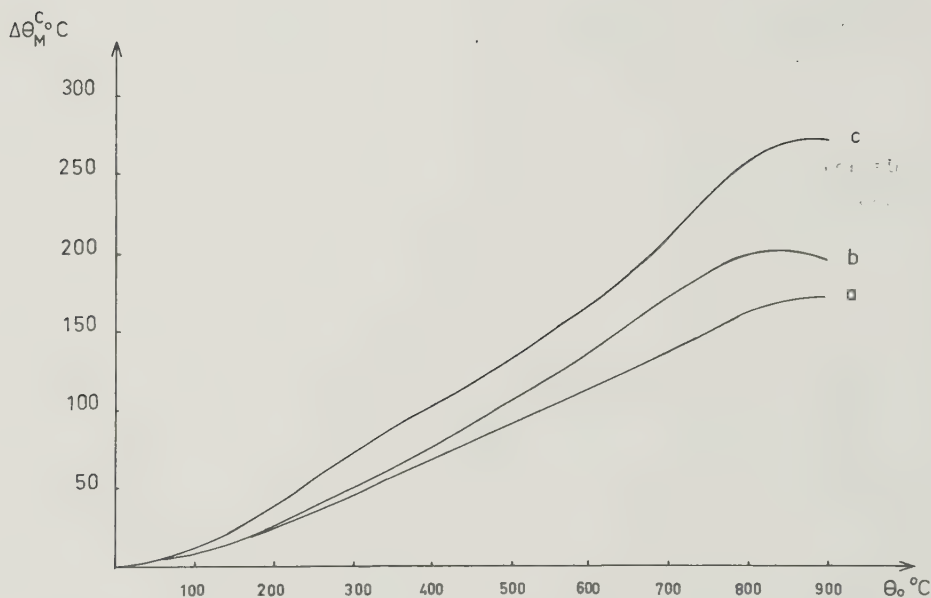


FIGURE III.2

Variations, en fonction de θ_0 , de l'écart maximal de température ($\theta_C - \theta_M$) mesuré pendant la trempe dans l'eau à 20°C d'éprouvettes de $\phi = 8 \text{ mm}$ et $h = 24 \text{ mm}$;

a est en constantan, b en nickel et c en argent

Mis en parallèle avec ceux du chapitre précédent, ces résultats font ressortir que l'apparition d'une phase vapeur modifie totalement les propriétés de refroidissement d'une éprouvette et, en particulier, renforce l'influence des propriétés superficielles. On ne peut donc pas définir une trempe à partir de paramètres définissant seulement le liquide : un même liquide peut

donner des lois très différentes qui dépendent des paramètres spécifiques de l'éprouvette et, en particulier, de son effusivité superficielle. Il est donc nécessaire d'introduire un facteur nouveau permettant de déterminer le mode de vaporisation du liquide sur la paroi chaude de l'éprouvette.

I.1.3 Dimensions de l'éprouvette

Les courbes de la figure (III.3) représentent l'écart maximal de température mesuré, pendant la trempe dans l'eau à 20°C, d'éprouvettes cylindriques homothétiques en nickel de 8, 16, 24, 36, 48 et 60 mm de diamètre et de longueur égale à trois fois le diamètre. La température initiale de trempe est comprise entre 200 et 900°C. On voit que la température à laquelle apparaît le régime de caléfaction, responsable d'une diminution de l'écart de température, est une fonction décroissante du diamètre de l'éprouvette, donc de sa capacité calorifique. Nous attribuons cela à l'échauffement très important de l'eau, sous l'action de la chaleur cédée par l'éprouvette pendant son refroidissement.

I.2 Facteurs liés au liquide de trempe

Nous comparons deux liquides qui se comportent de façons très différentes : l'huile dont la phase vapeur provient de la décomposition thermique du liquide, l'eau qui possède une phase vapeur en équilibre avec le liquide.

I.2.1 Trempe dans une huile minérale

La pièce est entourée, pendant la trempe, d'une couche de vapeur constituée par les produits de décomposition de l'huile qui ne sont pas en équilibre dynamique avec le liquide restant. Cette couche de vapeur s'élimine très lentement par départ de très grosses

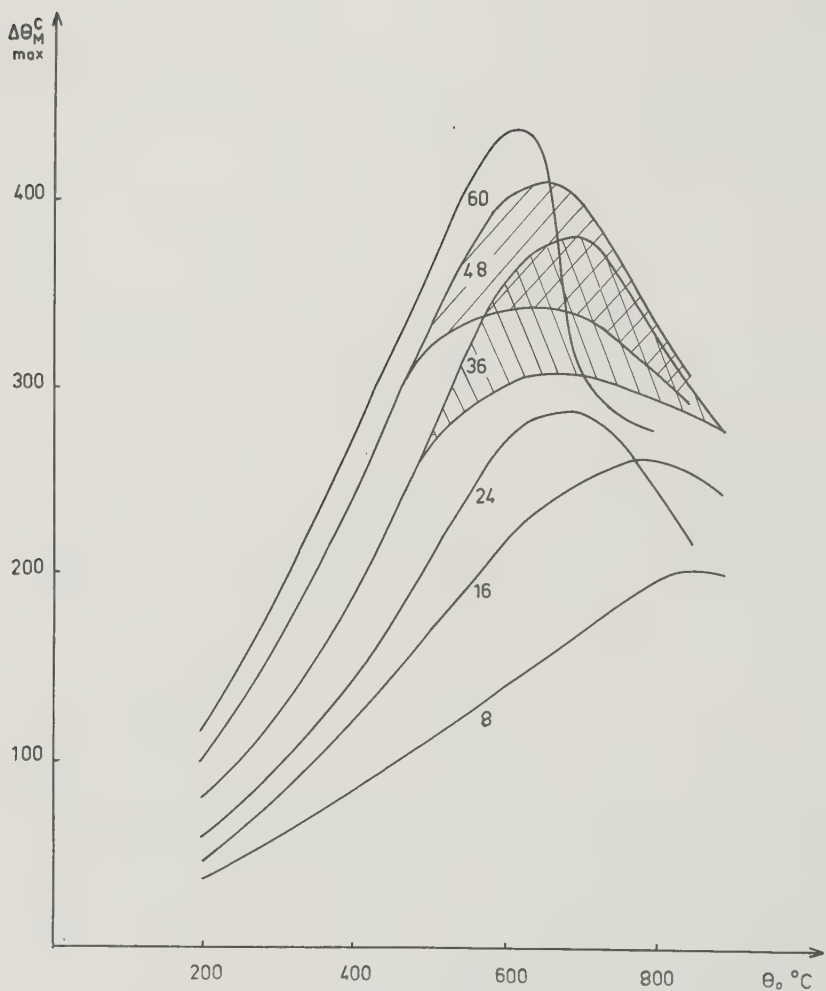


FIGURE III.3

Relation entre l'écart maximal de température $\Delta\theta = (\theta_C - \theta_M)$, mesuré au cours de la trempe dans l'eau à $20^{\circ}C$ d'éprouvettes cylindriques homothétiques en nickel, et la température initiale θ_0 . Les diamètres des éprouvettes sont de 8, 16, 24, 36, 48 et 60 mm, leur hauteur valant toujours 3 fois leur diamètre.

bulles. Sa grande épaisseur provoque un ralentissement important de la vitesse de refroidissement, c'est-à-dire une diminution de l'écart de température localisé dans la pièce. Sur la figure III.4, nous avons porté, en fonction de la température initiale de trempe, l'écart maximal mesuré dans une éprouvette en nickel de 24 mm de diamètre et 72 mm de hauteur, trempée dans l'huile à 20°C. Cette courbe présente les mêmes caractéristiques que celle que l'on obtient par trempe dans l'eau: à partir d'une certaine température initiale, on observe une diminution de l'écart maximal de température.

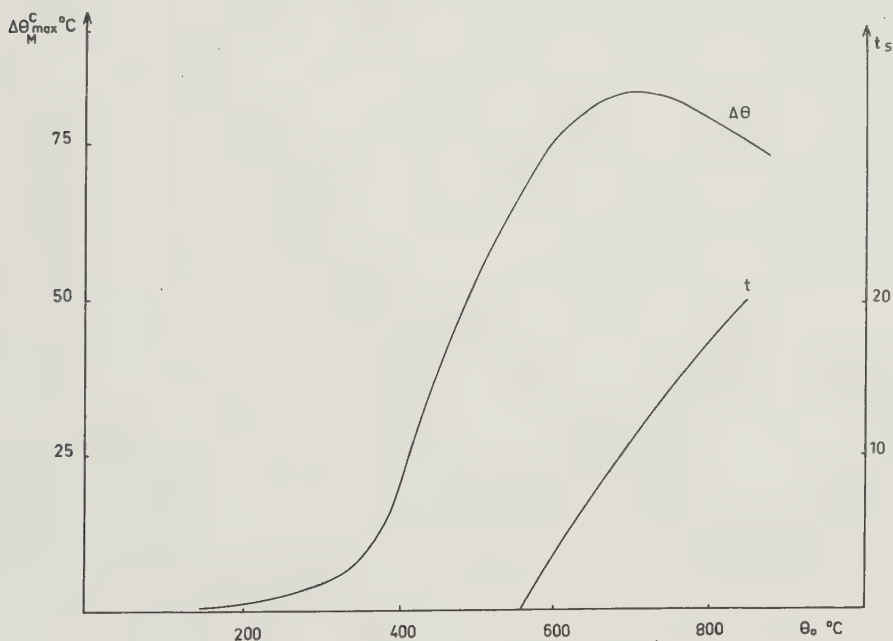


FIGURE III.4

Relation entre l'écart maximal de température $[\Delta\theta_{M \text{ max}}]_{\text{max}}$, mesuré pendant la trempe dans une huile minérale à 20°C d'une éprouvette cylindrique en nickel de 24 mm de diamètre et de 72 mm de hauteur et la température initiale de trempe θ_0 . La courbe pointillée représente l'évolution de la durée du régime de caléfaction.

Sur la figure III.4, nous avons porté également la courbe qui représente l'évolution de la durée du régime de caléfaction. Cette courbe montre que la vaporisation en film débute à une température θ_0 de 550°C.

I.2.2. Trempe dans l'eau pure

Nous modifions les propriétés de refroidissement de l'eau en élevant sa température à des valeurs comprises entre 20 et 100°C. On observe un allongement de la durée du régime de caléfaction et une diminution de l'écart maximal de température (figure III.5).

L'ensemble de ces résultats expérimentaux, qui concernent des liquides vaporisables, nous conduit à étudier plus particulièrement les paramètres qui déterminent l'existence et la stabilité d'une couche de caléfaction. Nous avons choisi de faire cette étude dans le cas plus simple du refroidissement dans l'eau bouillante car cela nous permet d'éliminer un paramètre plus ou moins contrôlable : l'élévation de la température du liquide de trempe pendant le refroidissement.

Cet important facteur dépend en effet des propriétés physiques du liquide et de l'éprouvette, du rapport de leurs capacités calorifiques, de la taille et de la forme du bac de trempe, de la profondeur d'immersion de l'éprouvette dans le bain et surtout du processus d'écoulement du liquide chaud, par effet de thermosiphon, vers la surface du bain, son écoulement le long de cette surface et sa réflexion plus ou moins complète contre les parois du bac (11). De plus, le choix de l'eau prise à sa température d'ébullition, nous rapproche des conditions où Nukiyama (2) a opéré dans le cas particulier du régime permanent.

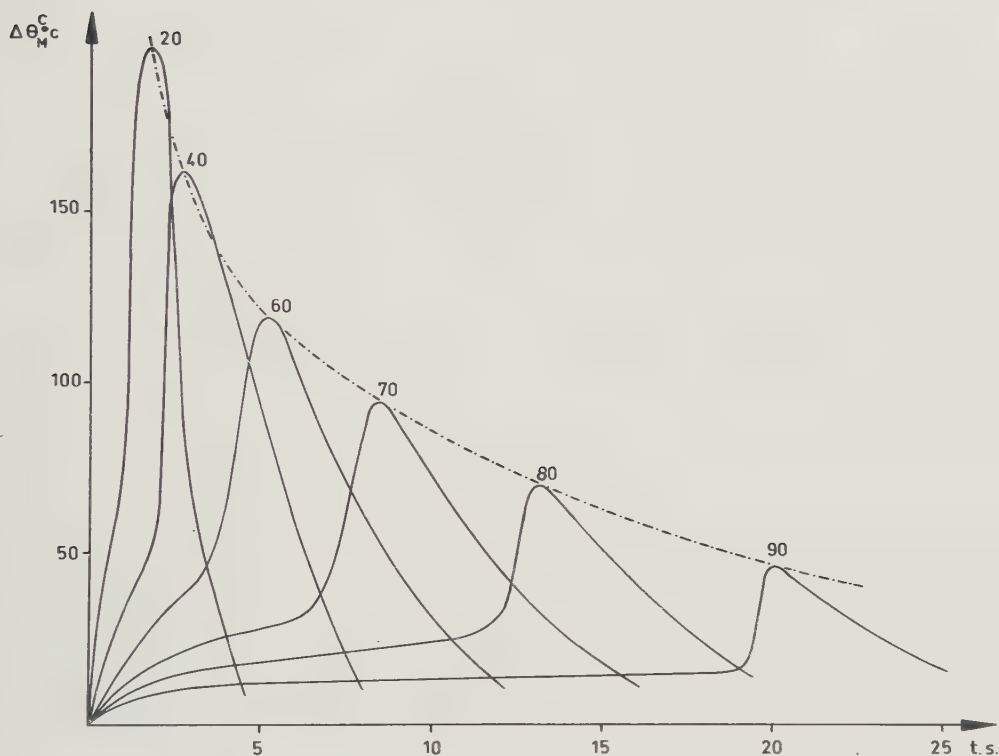


FIGURE III.5

Variations des écarts de température enregistrés au cours de la trempe dans l'eau pure, prise successivement à 20, 40, 60, 80 et 90°C, d'une éprouvette de nickel de 8 mm de diamètre et de 24 mm de hauteur, en fonction du temps.

II. DOMAINE DE TEMPERATURE CARACTERISTIQUE DE CHAQUE MODE DE REFROIDISSEMENT

La trempe d'une éprouvette métallique dans un liquide vaporisable comprend, dans le cas le plus général, quatre étapes successives : le régime initial, le régime de caléfaction, le régime d'ébullition nucléée, enfin, un régime de convection pure. Les trois derniers régimes sont faciles à distinguer expérimentalement et leur étude n'exige pas des moyens exceptionnels. Par contre, le régime initial comporte, comme dans le cas des liquides non vaporisables, des phénomènes très brefs, pratiquement inaccessibles dans les conditions expérimentales où nous avons opéré. Cependant, il présente une très grande importance de par son incidence sur la suite observable du refroidissement.

II.1 Instant et régime initial

Prenons le cas de la trempe d'une éprouvette métallique dans l'eau pure, en supposant que la température initiale θ_0 soit suffisante pour que le caractère vaporisable de l'eau se manifeste par une loi de refroidissement de type P. Au tout premier instant de l'immersion de cette éprouvette, le premier contact entre le solide et le liquide s'établit à une température θ_{ci} inaccessible à l'expérience mais que l'on peut, comme dans le cas des liquides non vaporisables, calculer en appliquant la relation du contact brusque entre deux milieux semi-infinis. La justification de ce calcul est plus directe que dans le cas des liquides non vaporisables car nous pouvons identifier expérimentalement le mode de vaporisation du liquide qui, comme nous le montrerons un peu plus loin, est fonction uniquement de la température de la surface.

II.1.1 Description des phénomènes

On sait que, si on pose $u = \frac{x}{\sqrt{t}}$, la relation

$$\theta(x, t) = \frac{\theta_o - \theta_{ci}}{\sqrt{\frac{\pi \lambda}{c \rho}}} \int_0^u \exp. - \frac{u^2}{4 \lambda} du$$

est une solution de l'équation de la chaleur.

A l'aide de la relation de Fourier, nous avons montré (relation II.5) que la densité du flux de chaleur qui traverse la surface de l'éprouvette pour pénétrer dans le liquide, s'écrit :

$$II.5 \quad \frac{q}{S} = \frac{\theta_o - \theta_{ci}}{\sqrt{\pi}} \frac{\sqrt{\lambda c \rho}}{\sqrt{t}}$$

Cette expression qui représente les variations, en fonction du temps, de la densité du flux de chaleur à travers la surface, est valable tant que le signal thermique émis par elle n'est modifié ni par la vaporisation, ni par la condition de validité de l'hypothèse de base du calcul de θ_{ci} .

Notons, ici encore, le paradoxe contenu dans la dernière expression de la densité du flux de chaleur. Lorsque t tend vers zéro, $\frac{q}{S}$ tend vers l'infini. Or, ce flux ne peut pas être infini, même à l'instant initial. Il doit cependant être très grand puisqu'il se produit une vaporisation instantanée intense, malgré la valeur élevée de l'enthalpie de vaporisation de l'eau.

Dès l'instant qui suit immédiatement la mise en contact, il s'établit dans le métal, au voisinage de la surface, un gradient de température $\frac{d\theta}{dx}$ qui peut s'écrire :

$$III.1 \quad \left(\frac{d\theta}{dx}\right)_{x=0} = \frac{\theta_o - \theta_{ci}}{\sqrt{\frac{\pi \lambda t}{c}}}$$

Puisque nous considérons une couche très mince de métal,

nous pouvons écrire cette équation dans la seule direction normale à la surface.

Dans le cas d'une loi de refroidissement de type P, le contact direct entre l'éprouvette et le liquide est rompu et remplacé par le double contact métal-vapeur, vapeur-liquide. La substitution brutale de la vapeur, dont l'effusivité est $E = 0,648$ unités MKH, au liquide, d'effusivité $E = 24,6$ MKH, soit 38 fois plus grande, bloque pratiquement le flux de chaleur créé par le gradient de température élevé de contact initial (formule III.1). Il en résulte une accumulation de chaleur dans la zone superficielle très mince de l'éprouvette, c'est-à-dire, finalement, une élévation de la température depuis θ_{ci} jusqu'à une valeur très voisine de θ_o .

La "bouffée de chaleur" du contact initial est donc partiellement utilisée à la vaporisation de l'eau qui produit le film de caléfaction. Le reste sert à ramener la température pariétale de θ_{ci} vers θ_o .

Le régime initial est donc extrêmement complexe et les moyens expérimentaux dont nous disposons ne permettent pas de l'analyser et, en particulier, de déterminer comment les phénomènes très brefs qui interviennent, se succèdent ou se chevauchent.

II.1.2 Détermination des températures limites

Si l'on se place à un point de vue strictement expérimental, c'est la température initiale de trempe θ_o qui détermine les conditions de refroidissement pour une éprouvette et un liquide de trempe donné. Mais l'analyse des phénomènes montre que c'est la température pariétale θ_s qui décide du mécanisme de vaporisation, caléfaction ou ébullition. Fort heureusement, θ_o est liée à la valeur θ_{ci} que prend θ_s à l'instant initial de la trempe par la relation

(I.12). La recherche des conditions limites de caléfaction ou d'ébullition peut donc se faire, expérimentalement, à l'aide du paramètre θ_o .

C'est ainsi que les courbes de la figure III.6 permettent de déterminer les températures initiales T_i et T_s pour lesquelles θ_s possède les valeurs critiques L_i et L_s qui, comme dans le cas de la vaporisation en régime permanent (2), définissent les limites inférieures et supérieures du régime transitoire

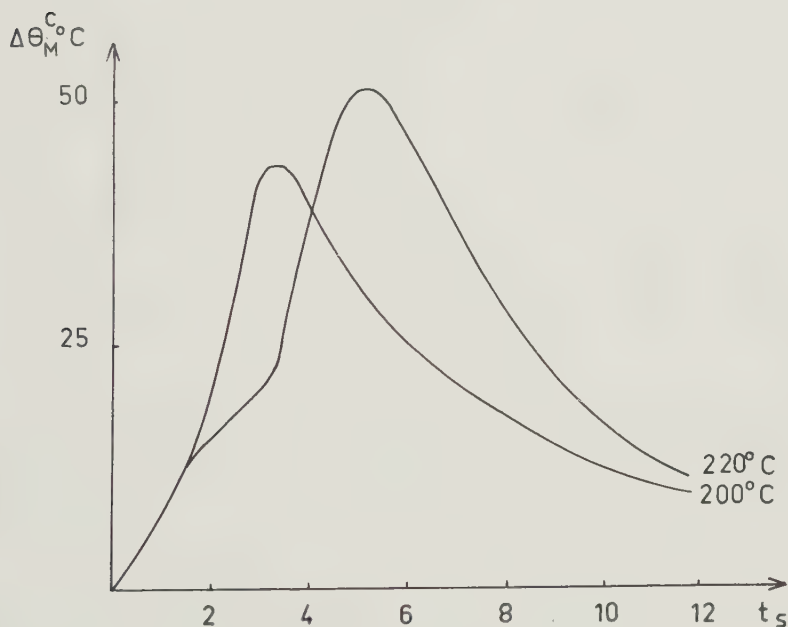


FIGURE III.6

Courbes de variations, en fonction du temps, de l'écart de température $\Delta\theta = \theta_C - \theta_M$, mesuré dans une éprouvette cylindrique en nickel de 24 mm de diamètre et 72 mm de hauteur, trempée dans de l'eau bouillante depuis $\theta_o = 200$ et $\theta_o = 215^\circ\text{C}$.

qui sépare le domaine d'ébullition nucléée du domaine de vaporisation en film. Lorsque θ_o est inférieure à T_i , on obtient une courbe de refroidissement de type M ; lorsqu'elle est supérieure à T_s , la courbe de refroidissement est de type I ou P.

On passe facilement de T_i et T_s à L_i et L_s en utilisant la relation (I.12). L'intervalle de température qui sépare L_i et L_s est, dans le cas de l'eau bouillante, égal à 20°C seulement.

On voit donc que l'on peut déterminer expérimentalement T_i et T_s et, par suite, L_i et L_s , par une méthode d'approche systématique. On part de valeurs assez différentes de la température initiale θ_o pour que la valeur la plus élevée donne un refroidissement de type P ou I, c'est-à-dire avec caléfaction et, la valeur la plus basse, un refroidissement de type M, sans caléfaction. On resserre progressivement l'intervalle qui sépare ces températures initiales, en essayant des températures intermédiaires situées à mi-chemin entre les deux températures extrêmes. On rejette l'intervalle de température dont les deux bornes conduisent à des refroidissements de même type.

On doit donc finalement distinguer trois cas selon la position de la température de contact initial θ_{ci} par rapport aux limites L_i et L_s :

$$a) - \theta_{ci} < \theta_{Li}$$

Dès le début de la trempe, il s'établit un régime d'ébullition nucléée. Il n'y a pas de rupture de contact entre le liquide et le métal. Le régime initial peut donc se définir de la même façon que dans le cas d'un liquide non vaporisable, à condition toutefois que la densité de bulles ne soit pas trop élevée. Nous avons pu comparer, dans ce cas, les valeurs de la durée du régime

initial obtenues par l'expérience et par le calcul (chapitre II, paragraphe I.1.2) : 1,7 s. par l'expérience contre 1,8 s. par le calcul. La loi de refroidissement est de type M.

$$b) - \underline{L_i < \theta_{ci} < L_s}$$

On observe, tout au début du refroidissement, une vaporisation dont le processus est intermédiaire entre celui de l'ébullition nucléée et celui de la vaporisation en film. La courbe de refroidissement est de type M, mais il suffit d'une faible variation d'un des facteurs définissant l'expérience, pour que l'on obtienne une courbe de refroidissement présentant un point d'inflexion (type I). C'est donc dans ce domaine que les expériences sont le moins reproductibles.

$$c) - \underline{L_s < \theta_{ci}}$$

Le refroidissement se fait, aussi longtemps que cette condition est remplie suivant une loi de type P, c'est-à-dire avec caléfaction. Ensuite, on passe au cas (a) par l'intermédiaire du cas (b).

Cette description montre que c'est la température de contact initial θ_{ci} qui détermine finalement le processus de refroidissement.

Dans le cas de l'eau bouillante, nous avons trouvé $L_i = 185^\circ\text{C}$, $L_s = 205^\circ\text{C}$ ce qui donne, pour une éprouvette en nickel oxydé $T_i = 200^\circ\text{C}$ et $T_s = 220^\circ\text{C}$. Ces deux dernières températures paraissent très basses. Cela tient à ce que, dans le cas de l'ébullition, le métal ne doit fournir que la chaleur latente de vaporisation. Dans le cas de l'eau à 20°C , il faut ajouter à cette chaleur latente, la quantité de chaleur nécessaire pour porter l'eau à 100°C .

Nous montrerons au chapitre IV que, dans le cas de l'eau à 20°C, T_i est de l'ordre de 650°C.

II.2 Régime de caléfaction puis d'ébullition nucléée

Quand on trempe depuis $\theta_o = 800^\circ\text{C}$, dans l'eau à 100°C, une éprouvette couverte par un film mince, continu et lisse de NiO ($E = 74 \text{ MKH}$), la loi de refroidissement est évidemment du type P, ce qui indique l'existence d'un régime de caléfaction, suivi par un régime d'ébullition nucléée. Sur la figure III.7, nous représentons la courbe de variations de la vitesse $v_R = \frac{d\theta}{dt}$ au centre de

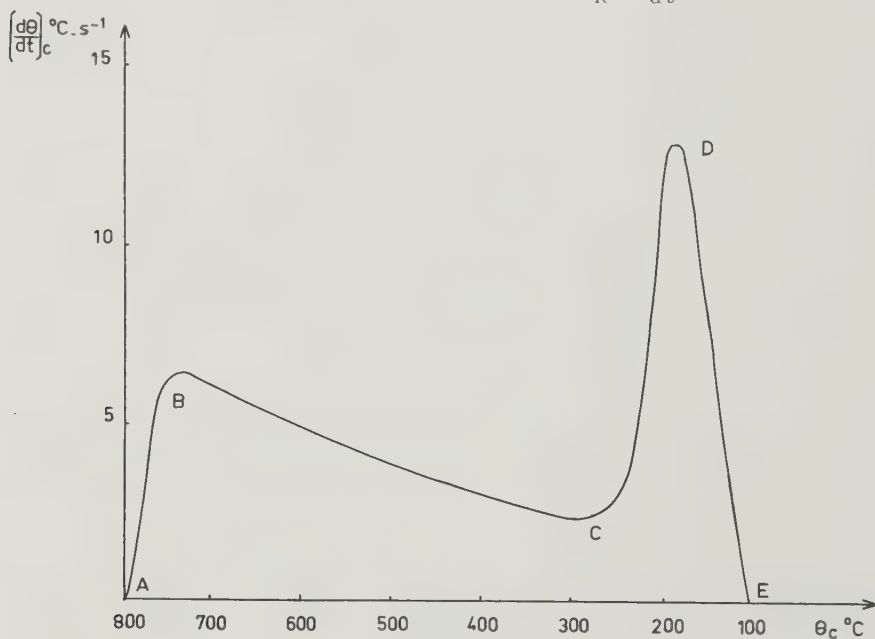


FIGURE III.7

Variations, en fonction de la température θ_c au centre d'une éprouvette cylindrique en nickel de 24 mm de diamètre et de 72 mm de hauteur, de la vitesse de refroidissement $(\frac{d\theta}{dt})_c$ au cours de la trempe depuis $\theta_o = 800^\circ\text{C}$ dans de l'eau bouillante.

l'éprouvette. Il est difficile de déterminer de façon précise la température de passage du régime de caléfaction au régime transitoire car l'éprouvette ne présente jamais une surface rigoureusement isotherme. En particulier, le régime d'ébullition apparaît beaucoup plus tôt aux extrémités de l'éprouvette qu'au centre.

La courbe de la figure III.7 permet cependant de distinguer clairement les deux modes de vaporisation de l'eau :

1 - la portion de courbe ABC correspond au régime de caléfaction qui s'étend pratiquement jusqu'à 290°C. L'échange de chaleur s'effectue avec un coefficient de passage constant.

2 - la portion CDE correspond à l'ébullition nucléée. Aucun indice ne permet de situer le régime transitoire.

Il faut noter que la température de 290°C qui correspond au passage d'un mode de vaporisation à l'autre est la température au centre de l'échantillon. Nous montrons au paragraphe suivant que la température superficielle de l'éprouvette est alors 265°C. Elle est nettement plus élevée que la valeur critique de 205°C (L_s) que nous avons calculée à partir de $T_s = 220^\circ\text{C}$ en utilisant la formule (I.12). Cette divergence entre les résultats obtenus par la méthode du contact brusque qui permet de déterminer T_s et ceux de l'interprétation de la courbe III.7, provient du fait que, dans le premier cas, la surface de l'éprouvette est à température rigoureusement uniforme tandis que dans le second, l'ébullition s'amorce d'abord aux extrémités de l'éprouvette où le rapport (volume/surface) est plus petit. Le brassage produit par cette ébullition déstabilise le film de caléfaction qui couvre la partie centrale de l'éprouvette et provoque finalement sa disparition anticipée.

D'ailleurs, R. Semaria et B. Martinet (22) admettent

que la transition caléfaction-ébullition se fait pour $\theta_s = 250^\circ\text{C}$, valeur voisine de la valeur de 265°C que nous avons nous-même obtenue, et insistent sur le fait qu'"il est difficile d'établir la valeur exacte de la température de caléfaction sur une paroi, spécialement quand le liquide est l'eau".

Nous étudions de façon détaillée ces deux modes de vaporisation de l'eau aux paragraphes III.3 et III.4.

III. DETERMINATION DU COEFFICIENT DE PASSAGE ET DE L'ECART DE TEMPERATURE DANS L'EPROUVETTE PENDANT LE REGIME DE CALEFACTION

Le refroidissement d'une éprouvette de trempe à travers un film de vapeur ne permet pas d'atteindre de grandes vitesses de refroidissement et par suite, ne produit pas des gradients de température importants. Il faut donc connaître, pour une éprouvette donnée, l'intervalle de température ou de temps pendant lequel ce film existe et le coefficient h de passage de la chaleur correspondant.

III.1 Détermination du coefficient h de passage de la chaleur

A cause de la présence, dans l'éprouvette de trempe, de gradients de température variables en fonction du temps, il n'est pas toujours possible d'appliquer directement la relation très simple qui permet de calculer la densité du flux de chaleur sortant de l'éprouvette :

$$\text{III.2} \quad \left(\frac{\partial}{\partial S}\right)_\theta = - \left(\frac{d\theta}{dt}\right)_\theta \rho V c$$

car on est dans l'impossibilité de définir θ qui varie, dans le cas du cylindre, en fonction de $\frac{r}{R}$. Certains auteurs ont néanmoins pu

effectuer le calcul dans les circonstances suivantes :

- trempe d'éprouvettes avec une vitesse de refroidissement très faible ; les écarts limités de température qui en résultent, justifient l'emploi de la relation ci-dessus, en utilisant la quantité $\frac{d\theta}{dt}$ en n'importe quel point de l'éprouvette. Nos résultats expérimentaux montrent que cette condition, bien que jamais rigoureusement remplie, permet, pour les refroidissements lents, une bonne approximation.

- trempe d'éprouvettes de très petites dimensions où la valeur absolue des écarts de température reste limitée. A. Simon (23) a étudié le refroidissement de couples thermoélectriques trempés directement dans le liquide. Il en a déduit le coefficient de passage en assimilant la température de l'ensemble de la soudure à celle qui correspond à la force électromotrice par le couple.

III.1.1 Données expérimentales

Pendant la trempe d'un cylindre en nickel de 24 mm de diamètre et 72 mm de hauteur dans l'eau à 100°C, nous avons enregistré, en fonction du temps, les variations de l'écart de température entre le centre C de l'éprouvette et le point M situé, dans le plan médian, à 1,5 mm de la surface.

La figure III.8 représente cet écart, enregistré lors de trempes depuis des températures variant de 100 en 100°C, comprises entre 300 et 800°C. Un premier examen de ces courbes montre que :

- à chaque instant t du refroidissement, l'écart de température $\Delta\theta$ (figure III.8) et la vitesse de refroidissement (figure III.9) sont pratiquement indépendantes de la température

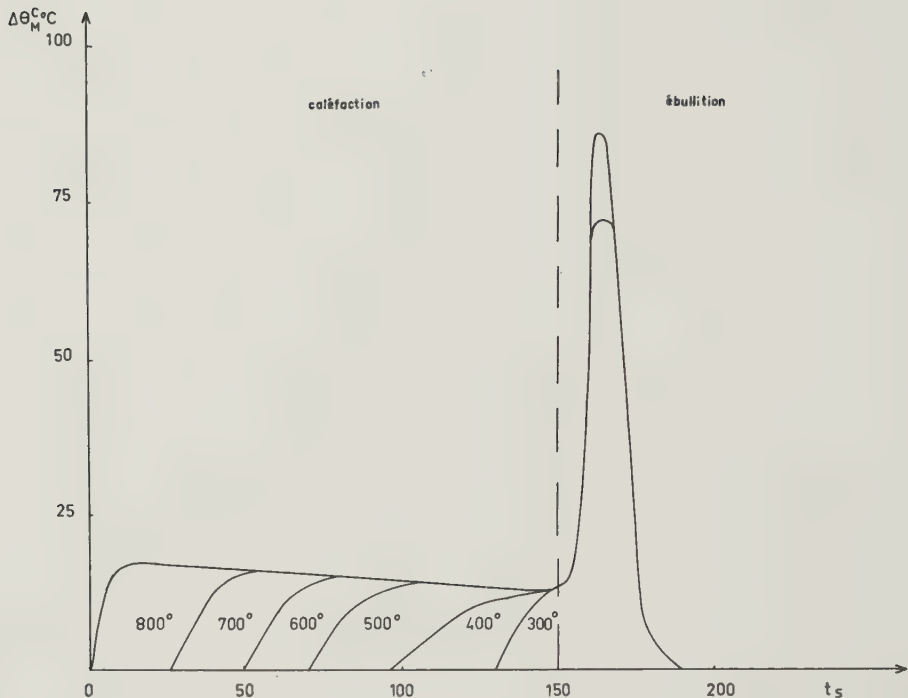


FIGURE III.8

Variations, en fonction du temps, de l'écart de température entre le centre d'un cylindre de nickel de 24 mm de diamètre et de 72 mm de hauteur et un point situé à 1,5 mm de la surface, au cours de sa trempe dans l'eau à 100°C, à partir de températures initiales θ_0 comprises entre 300 et 800°C.

initiale de trempe θ_0 .

le passage de la caléfaction à l'ébullition nucléée se fait à une température qui est également indépendante de θ_0 .

Il résulte de cette dernière propriété que c'est la

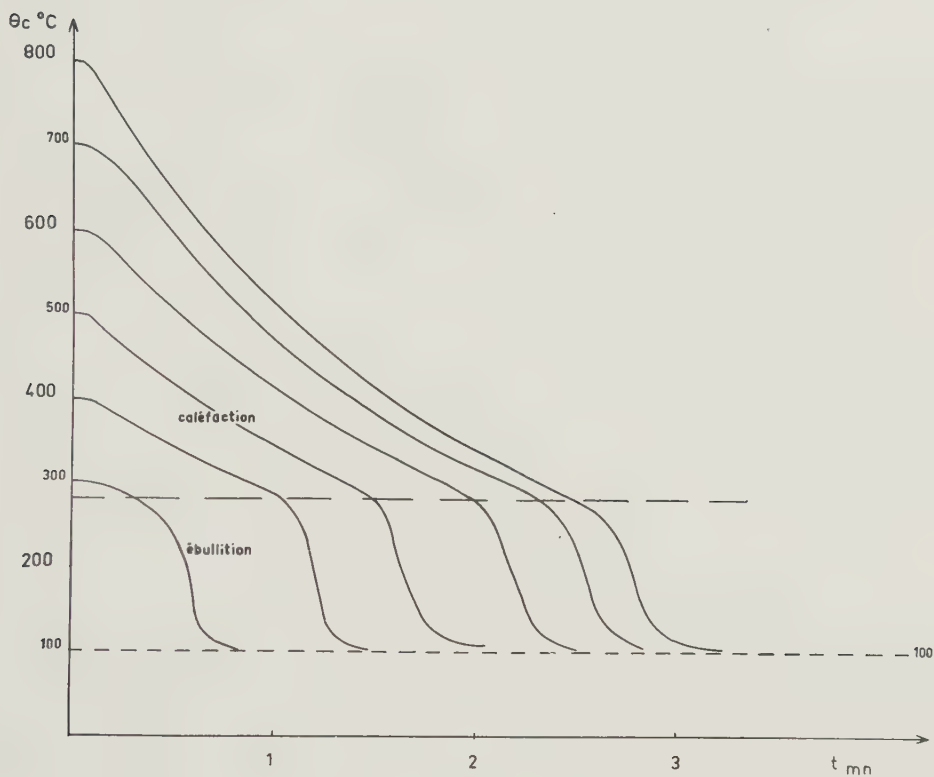


FIGURE III.9

Variations, en fonction du temps, de la température Θ_c d'un cylindre de nickel de 24 mm de diamètre et 72 mm de hauteur, trempé à partir de températures comprises entre 300 et 800 $^{\circ}\text{C}$, dans de l'eau à 100 $^{\circ}\text{C}$.

température pariétale θ_s de l'éprouvette qui détermine le mode de vaporisation et que les états antérieurs du système éprouvette-liquide, n'ont pratiquement aucune influence.

III.1.2 Densité du flux de chaleur à travers la surface de l'éprouvette pendant le régime de caléfaction.

La figure III.8 montre aussi que l'écart de température auquel est soumise l'éprouvette pendant le régime de caléfaction varie peu : elle se refroidit tout entière à la même vitesse. Le calcul du flux de chaleur à l'aide de la relation III.2 est donc valable pour toute l'éprouvette et pendant toute la durée du régime de caléfaction.

Nous indiquons dans le tableau, les valeurs numériques que le flux de chaleur atteint pour différentes températures.

Tableau III.B

$\theta^\circ\text{C}$ au centre	760	700	600	500	400	300
$(\frac{d\theta}{dt})$ centre	6,25	5,70	4,65	3,65	2,70	1,80
$\frac{\phi}{S}$ cal $\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$	4,0	3,65	2,98	2,37	1,73	1,14

Ces valeurs de la densité du flux de chaleur, portées en coordonnées logarithmiques sur la figure III.10, s'alignent suivant une droite analogue à celle qu'a obtenu Nukiyama en régime permanent.

En pratique, les valeurs portées sur la figure III.10 ont été obtenues en mesurant la vitesse de refroidissement pour une trempe effectuée à partir d'une température initiale aussi voisine que possible de la température à laquelle on veut mesurer le

flux de chaleur. Nous avons constaté en effet que la valeur du flux de chaleur échangé à 300°C , dépend légèrement de cette température initiale : nous obtenons $1,27 \text{ cal/cm}^2\text{s.}$ pour une température initiale de 800°C et $1,14 \text{ cal/cm}^2\text{s.}$ lorsque nous trempions depuis 400°C . Cet écart est nettement supérieur aux erreurs de mesure. Nous pensons qu'il faut le lier au fait que la température du liquide situé au voisinage immédiat de l'éprouvette, se trouve abaissée d'environ 4°C lorsque nous trempions depuis $\theta_0 = 800^{\circ}\text{C}$. Ce refroidissement très localisé pourrait s'expliquer

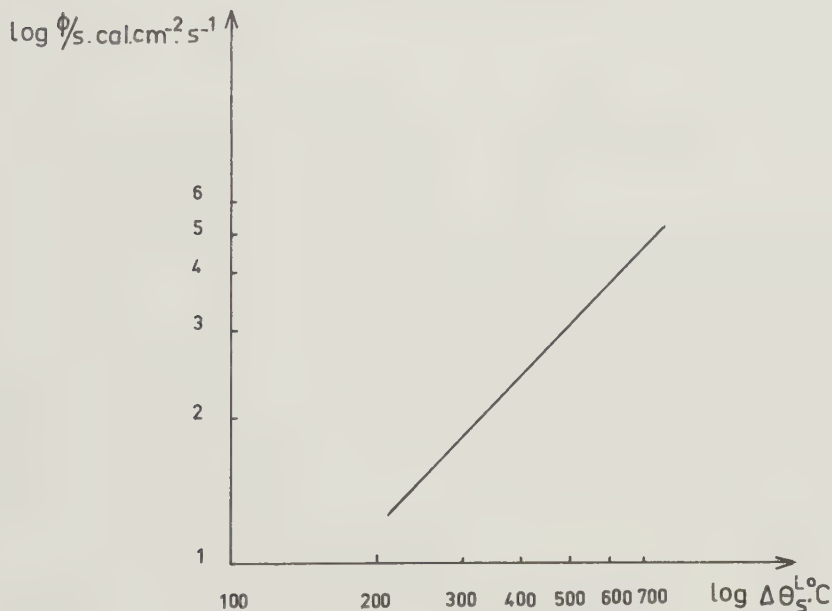


FIGURE III.10

Variations, en fonction de la valeur de l'écart ($\theta_s - \theta_{\text{Eb}}$) entre la température pariétale de l'éprouvette de 24 mm de diamètre et la température de l'eau, prise à 100°C , de la densité du flux de chaleur qui traverse la surface de l'éprouvette. Les coordonnées sont à échelle logarithmique.

par le déséquilibre des échanges thermiques provoqué par la turbulence de l'eau en ébullition.

Le coefficient superficiel de passage de la chaleur entre la pièce et le fluide peut s'écrire, suivant la loi de Newton :

$$\text{III.3} \quad h = \frac{\phi}{S} \frac{1}{(\theta_S - 100)}$$

Il comprend l'ensemble des coefficients de passage particuliers dûs à la conduction, à la convection et au rayonnement.

La relation III.3 fait intervenir une grandeur qui varie en fonction du temps et qui n'est pas accessible à l'expérience : la température θ_S de la surface de l'éprouvette.

C'est cette grandeur que nous allons essayer de déterminer au paragraphe suivant.

III.1.3. Détermination de la température superficielle

Nous connaissons, par l'expérience, la température d'un point situé très près de la surface de l'éprouvette. Nous avons montré qu'il est impossible de déterminer la température θ_S elle-même par thermométrie directe. L'évolution rapide de cette température rend cependant son évaluation indispensable.

Négliger les fluctuations des gradients de température entraîne une certaine incertitude sur la valeur de la densité du flux de chaleur. Par exemple, entre la 50ème et la 100ème seconde qui suivent le début de la trempe effectuée depuis 800°C, l'écart de température $\Delta\theta_M^C$ mesuré entre le centre et la périphérie passe de 17 à 15°C seulement, alors que l'ensemble de la pièce se refroidit de 170°C. L'erreur maximale prévisible introduite par notre approximation qui consiste à considérer cet écart comme constant, est donc de l'ordre de 0,6 %.

III.1.3.1 Répartition de la température dans l'éprouvette

Nous avons mis au point une méthode d'extrapolation qui permet de déterminer θ_S . Elle repose sur la connaissance de la loi de répartition de la température dans l'éprouvette.

Pendant le régime de caléfaction, nous avons essayé de vérifier la loi parabolique de variation de la température :

$$I.13 \quad \theta_r = \theta_S + \Delta\theta_S^C \left(1 - \frac{r^2}{R^2}\right)$$

que nous avons établie au chapitre I, dans le cas d'une éprouvette de 36 mm de diamètre et 108 mm de hauteur. En prenant une éprouvette aussi grande que possible, nous obtenons des différences de température $\Delta\theta = \theta_C - \theta_M$ relativement élevées, le rapport $\frac{r_M}{r_R}$ devient très voisin de 1 et la perturbation des échanges introduite par les passages de couples thermoélectriques est pratiquement négligeable.

La figure (III.11) définit la position des points où les mesures sont faites. Le point intermédiaire N n'a pas été placé entre C et M pour ne pas introduire les perturbations éventuelles dans la même région de l'éprouvette.

Le tableau III.C donne nos résultats

Tableau III.C

t, s		20	100	160	200
$\theta_C - \theta_M$	mesuré	48	27	19,5	14
$\theta_C - \theta_N$	mesuré	13,5	8	6	4
	calculé *	12,5	7,5	5,5	4

* calculé à l'aide de la relation (I.13)

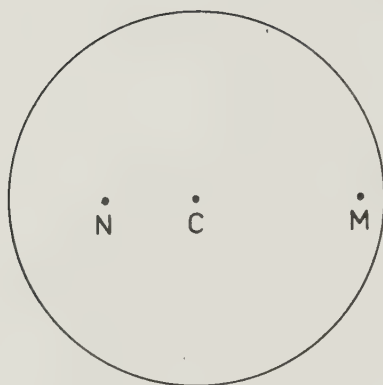


FIGURE III.11

Coupe suivant le plan médiateur de l'éprouvette cylindrique montrant la position des 3 points C, N, et M de mesure de la température.

Il montre l'excellent accord entre les résultats du calcul et ceux des mesures.

Nous utilisons la formule d'extrapolation

$$\text{III.4} \quad \theta_C - \theta_S = \frac{R^2}{r^2} (\theta_C - \theta_M)$$

r est la distance entre le centre et le point voisin de la surface où on mesure θ_M .

Nous avons montré au chapitre I que la relation (I.18) n'est valable que lorsque la vitesse $\left(\frac{d\theta}{dt}\right)_S$ de refroidissement de la surface est constante.

Il en va évidemment de même pour la formule d'extrapolation (III.4). Le tableau III.C montre que cette condition est bien satisfaite.

Cette extrapolation est justifiée par le fait qu'il n'y a pas de discontinuité de la température au passage de la surface car l'entretien d'une telle discontinuité exigerait une densité de flux de chaleur théoriquement infinie.

III.1.3.2 Température à la surface de l'éprouvette de 24 mm de diamètre

Le tableau III.D, présente l'application, à une éprouvette de 24 mm de diamètre et 72 mm de hauteur, trempée à l'eau de 800 à 100°C, de la méthode décrite ci-dessus, pour différentes valeurs de θ_C .

Tableau III.D

θ_C	760	700	600	500	400	300
$\theta_C - \theta_M$ mesuré	17,5	17,5	16,5	15,5	14,5	13
$\theta_C - \theta_S$	23	23	21,5	20,5	19,5	17
θ_S	737	677	578,5	479,5	380,5	283

Remarque

La présence, à la surface du nickel d'une très fine pellicule d'oxyde NiO pour lequel $\lambda = 0,012 \text{ cal.}^\circ\text{C}^{-1}.\text{cm}^{-1}.\text{s}^{-1}$, se traduit par un abaissement de la température superficielle. Le gradient de température est, à flux de chaleur égal, 10 fois plus élevé que dans Ni. Cependant, la très faible épaisseur du film de NiO réduit cet effet et entraîne une chute de température négligeable puisque inférieure à 1°C.

III.1.4 Coefficient global de passage de la chaleur en régime de vaporisation pelliculaire de l'eau

Avec la température de la surface d'échange et la densité du flux de chaleur qui la traverse, nous possédons toutes les données nécessaires au calcul du coefficient de passage de la chaleur. Du tableau III.D qui donne les valeurs de $\underline{h}$ pour les valeurs de θ_C déjà choisies, nous passons au tableau III.E. On vérifie immédiatement que l'échange de chaleur, pendant le régime de caléfaction, obéit à la loi de Newton.

Tableau III.E

$\theta_C \text{ } ^\circ\text{C}$	760	700	600	500	400	300
$\frac{\phi}{S} \text{ cal.cm}^{-2}\text{s}^{-1}$	4,0	3,65	2,98	2,37	1,73	1,14
$(\theta_S - 100) \text{ } ^\circ\text{C}$	637	577	478,5	379,5	280,5	183
$h \text{ cal.cm}^{-2}\text{s}^{-1}\text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \times 10^3$	6,25	6,30	6,20	6,25	6,15	6,25

Dans le domaine des températures comprises entre 800 et 300°C, le coefficient total de transfert par caléfaction est pratiquement indépendant de la température. Il est lié d'une part aux propriétés d'évacuation de la chaleur par le film de vapeur et aux propriétés de transfert de l'interface liquide-vapeur.

A. Simon (23) a étudié l'influence du rapport surface/volume ($\frac{S}{V}$) sur le refroidissement de très petites éprouvettes, constituées par les soudures de couples thermoélectriques, trempées directement dans le liquide. Il a montré que le coefficient $\underline{h}$ varie, en fonction de la taille de la soudure, de 0,805 cal.cm⁻².s⁻¹ °C⁻¹ pour $\frac{S}{V} = 134 \text{ cm}^{-1}$ à 0,33 pour $\frac{S}{V} = 25 \text{ cm}^{-1}$. Il a montré également que

c'est la courbure de la surface qui entraîne cette variation car, pour les petites éprouvettes, le rapport surface métal-vapeur/surface vapeur-liquide est très inférieur à 1.

L'échange vapeur-liquide est beaucoup plus lent que l'échange solide-vapeur puisque la couche de caléfaction est stable. C'est cet échange lent qui règle finalement l'échange total de chaleur entre l'éprouvette et le liquide.

Dans le cas de très petits échantillons, l'échange de chaleur devient très intense bien que l'épaisseur de la couche et la densité du flux de chaleur restent constantes. Dans le cadre d'une théorie dynamique de l'équilibre en conditions isothermes du film de caléfaction, R. Bigot admet que ce film ajuste "son épaisseur pour régler le flux qu'il transmet sur celui qui est transmis ultérieurement à partir de l'interface vapeur-liquide." Dans cette optique, il propose une relation qui permet de calculer directement cette épaisseur à partir de la vitesse de refroidissement de l'éprouvette :

$$\text{III.5} \quad e = \frac{\lambda_v(\theta_s - \theta_{Eb})}{-\frac{d\theta}{dt} \frac{\rho V_c}{S} - hr(\theta_s - \theta_{Eb})}$$

θ_{Eb} représente la température d'ébullition du liquide et hr le coefficient de transmission de la chaleur par rayonnement. Appliquée au cas d'une éprouvette couverte de NiO dont la température superficielle est de 500°C, cette formule donne une épaisseur voisine de 0,18 mm. Nous montrerons au paragraphe III.6 que cette valeur est nettement trop faible.

Cette épaisseur a, sur la surface d'échange vapeur-liquide, une influence d'autant plus grande qu'elle est plus voisine du rayon de l'éprouvette. Nous indiquons dans le tableau III.F, l'accroissement apparent, dû à cet effet, de la densité de flux de

chaleur et du coefficient h de passage de la chaleur à travers la paroi de l'éprouvette à l'instant où $\theta_s = 500^\circ\text{C}$.

Tableau III.F

D_{mm}	$\frac{S}{V} \text{ cm}^{-1}$	Surface extér. de l'éprouvette de hauteur unitaire	Surface vapeur-liquide	D'après nos mesures du paragraphe III.2	
			D'après la réaction III.5	Surface vapeur-liquide	Taux d'accroissement de la surface
0,30(*)	134	0,94	2,07	3,90	4,10
1,6 (*)	25	5,02	6,15	7,78	1,54
8	0,49	25,1	26,2	27,88	1,11
24	0,16	75,36	76,4	78,12	1,04
60	0,066	188,4	189,5	191,16	1,01

((*) les deux éprouvettes, constituées en fait par des couples thermoélectriques rectilignes, ont été étudiées par A. Simon (23)).

Nous discuterons, au paragraphe III.2, la valeur plus élevée que nous avons utilisée pour e dans le calcul du coefficient d'accroissement de la surface d'échange.

On voit en particulier, que dans le cas de la plus petite éprouvette que nous ayons étudiée nous-même, le taux d'accroissement de la surface de contact vapeur-liquide atteint 1,11 contre 1,04 dans le cas de l'éprouvette 1,01 pour l'éprouvette de 60 mm de diamètre.

Afin de vérifier cette valeur que nous attribuons au coefficient h , nous avons déterminé la vitesse de refroidissement

qu'il est susceptible de produire dans l'éprouvette cylindrique en nickel de 60 mm de diamètre et de 180 mm de hauteur. Quand $\theta_S = 500^\circ\text{C}$, nous calculons une vitesse de $1,55^\circ\text{C/s}$. L'expérience, de son côté, donne $(\frac{d\theta}{dt})_{\theta_S=500^\circ\text{C}} = 1,59^\circ\text{C/s}$.

Il n'en est plus de même pour les plus petites éprouvettes et en particulier dans le cas de l'éprouvette de 8 mm de diamètre. Le tableau III.G permet de comparer les valeurs du coefficient h déterminées pour quelques valeurs de la température θ_C au centre de l'éprouvette dans le cas d'éprouvettes de 8 mm de diamètre et 24 mm de hauteur et de 24 mm de diamètre et 72 mm de hauteur.

Tableau III.G

$\theta_C \text{ } ^\circ\text{C}$	400	500	600	700	800
$h \text{ (CGS } \times 10^3 \text{)}$ éprouvette $\phi = 8 \text{ mm}$	9	7,65	7,42	7,15	7,10
$h \text{ (CGS } \times 10^3 \text{)}$ éprouvette $\phi = 24 \text{ mm}$	6,15	6,25	6,20	6,30	6,25

On voit d'une part, que h varie très nettement avec la température dans le cas de la plus petite éprouvette et reste pratiquement constant dans le cas de l'éprouvette de 24 mm de diamètre. La figure III.12 explique le comportement de l'éprouvette de 8 mm de diamètre. La photographie a été prise à l'instant où la couche de caléfaction a déjà disparu aux deux extrémités et subsiste dans la région équatoriale sous la forme d'un anneau dont la hauteur diminue progressivement. Il en résulte un gradient de température axial qui accroît la vitesse de refroidissement du centre de l'éprouvette par apparition concomitante d'un flux de chaleur non

radial qui ne traverse pas le film de caléfaction. Dans l'éprouvette homothétique de 24 mm, ce phénomène existe mais est à peine perceptible au centre de l'éprouvette qui est trois fois plus longue.

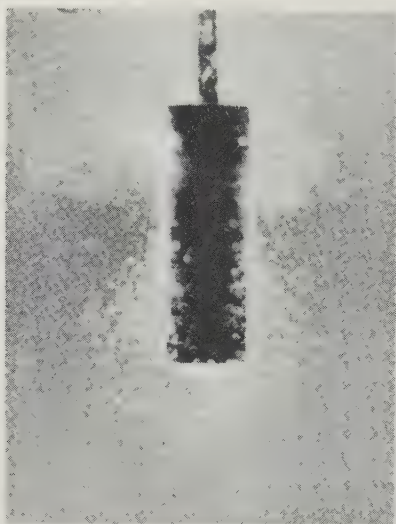


FIGURE III.12

Photographie de l'éprouvette de 8 mm de diamètre et de 24 mm de hauteur à l'instant où la couche de caléfaction ne subsiste plus que dans la région centrale de l'éprouvette.

Cette interprétation n'a rien à voir avec la faible divergence des valeurs de h aux températures élevées. A ces températures, la couche de caléfaction est parfaitement stable et c'est l'influence du rayon de courbure de la surface de l'éprouvette qui intervient (tableau III.F).

III.1.5 Influence de la température de l'eau sur le coefficient de passage de la chaleur

La trempe dans de l'eau à 100°C, permet de déterminer, de façon précise, le coefficient de passage de la chaleur en éliminant radicalement les phénomènes difficiles à contrôler qui sont liés à l'échauffement du bain tout au long du refroidissement de l'éprouvette. Dès l'instant que la température initiale θ_o est supérieure à T_s (III.II.1.2), il se produit une caléfaction qui cesse dès que la température superficielle θ_s atteint L_s . La densité du flux de chaleur est, dans ces conditions, indépendante de θ_o . Il en est évidemment de même pour la vitesse de refroidissement à la température θ et pour l'écart de température $\Delta\theta_{M \max}^C$. C'est ce que montre la figure (III.13), obtenue au cours de la trempe dans l'eau à 100°C d'une éprouvette cylindrique en nickel de 24 mm de diamètre et 72 mm de hauteur. Lorsque la température initiale θ_o est supérieure à 380°C, la loi de refroidissement est de type P et l'écart maximal atteint une valeur de 82°C, indépendante de θ_o .

Lorsqu'on effectue une trempe dans l'eau à 20°C, cette dernière s'échauffe pendant le régime de caléfaction. Il en résulte que la vitesse de refroidissement maximale et l'écart de température $\Delta\theta$ maximal diminuent comme on peut le voir sur la figure (III.14), tracée par R. Bigot. L'arc CD représente ce phénomène.

Pour limiter l'échauffement du bain, nous avons effectué nos expériences sur une éprouvette de 8 mm de diamètre et 24 mm de hauteur qui est, en fait, la plus petite éprouvette dont l'usinage soit encore possible. La température initiale de trempe θ_o était égale à 800°C et, dans ces conditions, nous avons dû limiter la température de l'eau à l'intervalle 60-100°C car, aux températures in-

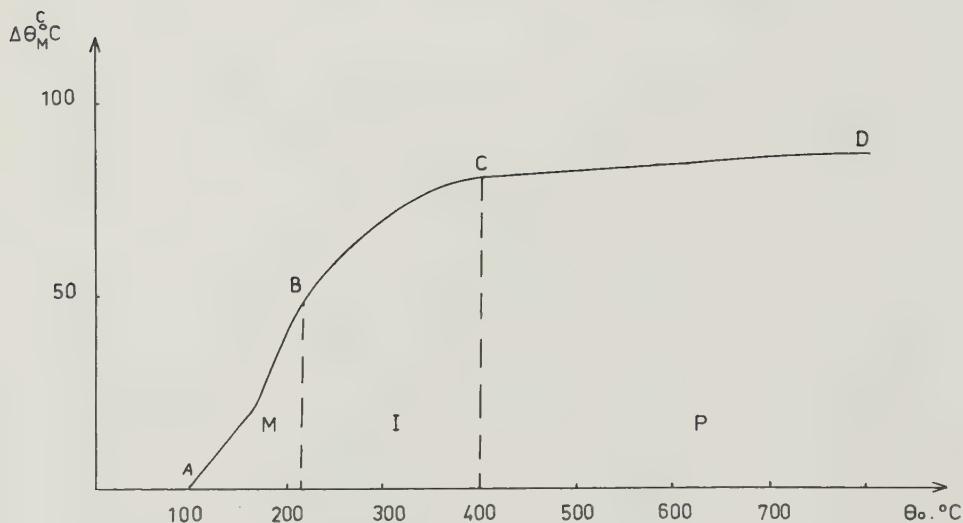


FIGURE III.13

Variations, en fonction de la température initiale θ_0 d'une éprouvette de 24 mm de diamètre et de 72 mm de hauteur, trempée dans l'eau à 100°C, de l'écart maximal $[\Delta\theta_M^C]_{\max}$ de température.

férieures à 60°C, le régime de caléfaction est trop éphémère. La figure III.15 représente les variations, en fonction de la température de l'eau, du coefficient de transfert de la chaleur par caléfaction. Nous avons eu soin d'effectuer cette mesure au début du refroidissement pour éviter toute indétermination sur la valeur

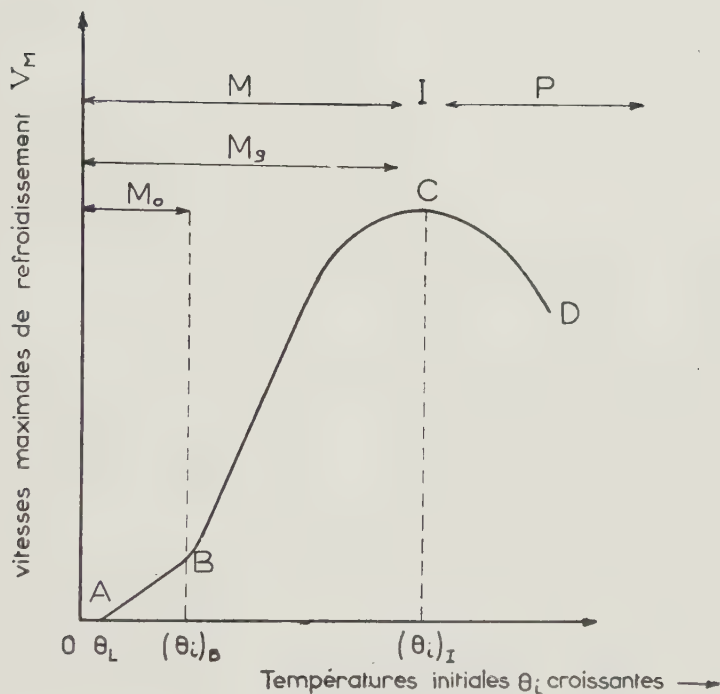


FIGURE III.14

Schéma indiquant, pour un même liquide, l'évolution de la vitesse maximale de refroidissement du centre d'un échantillon donné, en fonction de la température initiale de trempe (d'après R. Bigot).

réelle de θ_L , température de l'eau. Cette courbe permet de déterminer, pendant toute la durée du régime de caléfaction, la loi de variations de la température moyenne de l'éprouvette en fonction de sa température superficielle θ_S pour toutes les températures

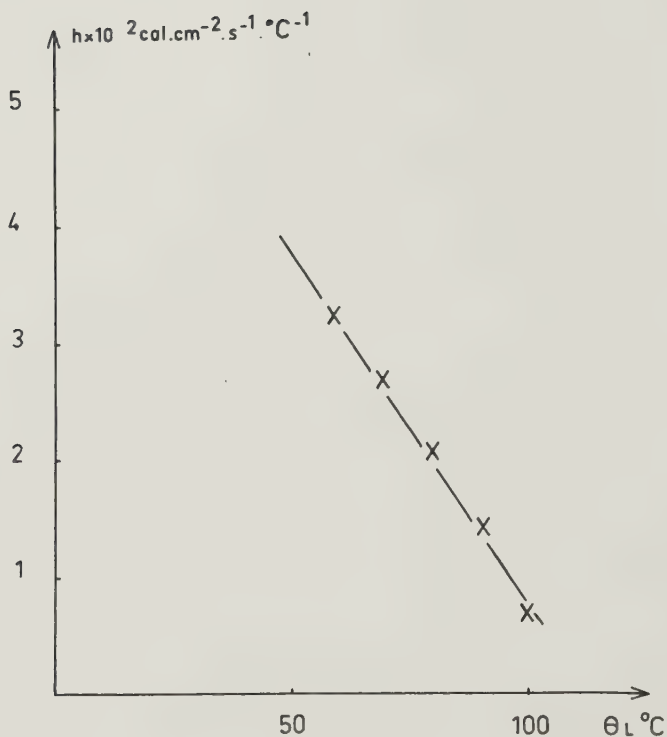


FIGURE III.15

Variations, en fonction de la température de l'eau, prise entre 60 et 100°C, de la valeur du coefficient $\underline{h}$ de passage de la chaleur par caléfaction.

du bain θ_L , comprises entre 60 et 100°C. Le régime de caléfaction est ainsi défini dès que l'on connaît les variations de $\underline{L}_i$ et $\underline{L}_s$ en fonction de la température de l'eau.

Cependant, nos expériences ont montré que, même dans le cas d'une éprouvette cylindrique dont l'axe est vertical, le régime d'ébullition s'établit aux extrémités de l'éprouvette, alors qu'un film de caléfaction subsiste dans la zone médiane dont la température pariétale est à peine supérieure à L_S . Ce phénomène amplifie la différence de température superficielle qui existait déjà entre la zone médiane et les extrémités de l'éprouvette pendant le refroidissement antérieur, avec caléfaction.

III.2 Ecart de température $\Delta\theta = \theta_C - \theta_M$ dans l'éprouvette pendant le régime de vaporisation en film

L'examen des courbes expérimentales $\Delta\theta_M^C = f(t)$ montre que, pendant toute la durée du régime de caléfaction, l'éprouvette est le siège de gradients de température relativement faibles, parce que la plus grande partie de l'écart de température entre le centre de la pièce et le liquide, est localisée dans la gaine de vapeur.

La figure III.16, tracée dans le cas d'une éprouvette cylindrique de 24 mm de diamètre et de 72 mm de hauteur, dont la température pariétale θ_S est égale à 500°C, au cours de sa trempe dans de l'eau à 100°C, représente les chutes de température dans le métal et dans la vapeur dans l'hypothèse, toujours satisfaite dans la pratique, où le film superficiel de NiO est assez mince pour que la chute de température dont il est le siège soit négligeable.

Les gradients de température dans le métal et dans la vapeur peuvent être calculés à partir de la densité de flux de chaleur $\frac{\theta}{S}$ que nous avons déterminée au paragraphe III.1.4 du chapitre III, en appliquant la loi de Fourier dans le solide et la loi de Newton dans la vapeur.

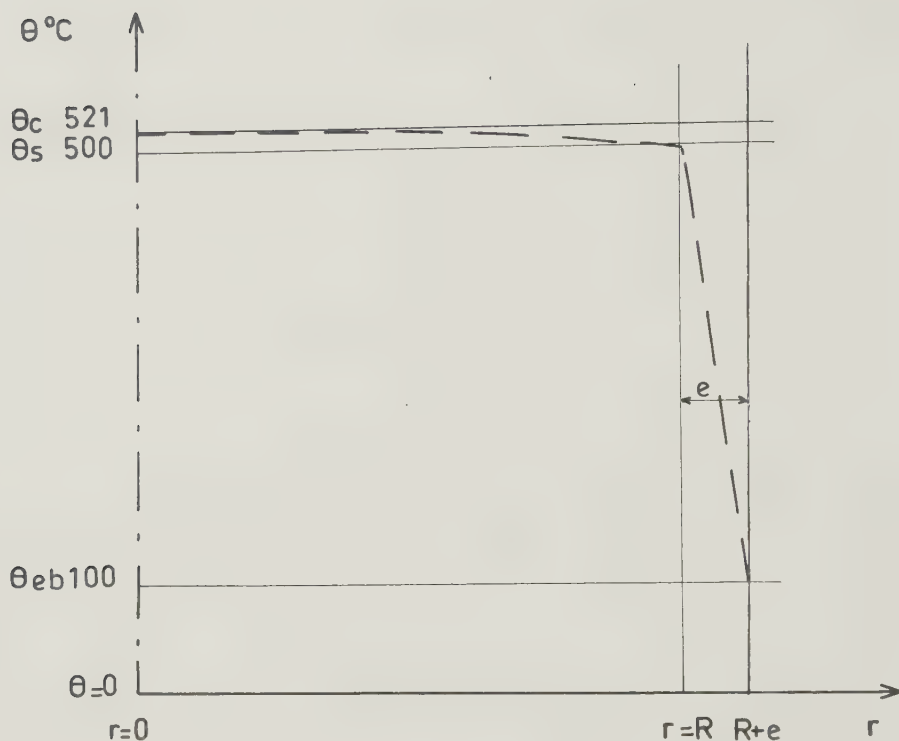


FIGURE III.16

Répartition de l'écart total de température $\Delta\theta = \theta_c - \theta_{Eb}$ entre l'éprouvette et le film de caléfaction, à l'instant où $\theta_s = 500^\circ\text{C}$.

Dans le solide, on obtient

$$\left(\frac{\delta\theta}{\delta r}\right) = -\frac{1}{\lambda} \frac{\phi}{S}$$

ce qui donne numériquement $\left(\frac{\delta\theta}{\delta r}\right)_{r=R} = 31,6^\circ\text{C/cm}$. Cette valeur est représentée, sur la figure III.16, par la pente de la tangente à

la courbe de répartition radiale de la température dans le métal au point $r = R$, situé sur la surface de séparation métal-vapeur.

Dans le liquide, il vient

$$\left(\frac{\delta\theta}{\delta r}\right) = \frac{\theta_S - \theta_{Eb}}{e}$$

Il est nécessaire de connaître l'épaisseur e du film de vapeur pour déterminer $\left(\frac{\delta\theta}{\delta r}\right)_V$ dans la phase vapeur. Si l'on se place dans le cadre de l'hypothèse formulée par R. Bigot (10), selon laquelle toute la vapeur s'est formée à une température constante, hypothèse que nous avons déjà utilisée dans la 4ème colonne du tableau III.F, on obtient, en appliquant la relation III.5, $e = 18 \text{ mm}$ et $\left(-\frac{\theta}{r}\right) = 22 \text{ } 010^\circ\text{/cm}$.

Si, au contraire, on écrit la conservation de la densité de flux de chaleur au passage à travers la surface, on obtient $e = 0,44 \text{ mm}$ et $\left(\frac{\delta\theta}{\delta r}\right) = 8 \text{ } 090^\circ\text{/cm}$.

Dans cette hypothèse, nous négligeons l'échange par rayonnement et l'agitation intense qui règne dans le film de vapeur. Mais, l'accumulation de la vapeur formée aux températures plus élevées peut renforcer, de façon considérable, l'épaisseur de la couche de caléfaction. Il est donc évident que la valeur $e = 0,44 \text{ mm}$ que nous avons utilisée dans la 5ème colonne du tableau III.F est une valeur minimale. L'observation cinématographique donne une valeur de l'ordre de 1 mm .

Influence de la température de l'eau sur le gradient de température dans l'éprouvette de trempe

La figure III.5 nous a montré la grande influence de la température de l'eau sur l'écart de température $\Delta\theta_M^C$ au cours du régime de caléfaction et sur la durée de ce régime. En faisant varier la température du liquide de trempe, nous agissons à la fois

sur deux facteurs indépendants : les limites $\underline{L_i}$ et $\underline{L_s}$ qui séparent le domaine de vaporisation en film du domaine d'ébullition nucléée d'une part, le coefficient $\underline{h}$ de passage de la chaleur qui définit la vitesse de refroidissement d'autre part. $\underline{L_i}$ et $\underline{L_s}$ augmentent lorsque la température de l'eau diminue ; de même, le coefficient de passage possède, à 100°C, une valeur minimale à partir de laquelle il croît de façon continue lorsque la température s'abaisse.

On peut en effet calculer la vitesse moyenne de refroidissement $\left(\frac{d\theta}{dt}\right)_m$ de l'éprouvette par l'expression :

$$\text{III.6} \quad \left(\frac{d\theta}{dt}\right)_m = \frac{h S (\theta_S - \theta_{Eb})}{\rho V c}$$

Par exemple, pour $\theta_S = 500^\circ\text{C}$, l'expérience donne, pour une éprouvette de 24 mm de diamètre et 72 mm de hauteur, $\left(\frac{d\theta}{dt}\right)_m = 3,60^\circ\text{C/s}$ et le calcul $\left(\frac{d\theta}{dt}\right)_m = 3,80^\circ\text{C/s}$.

La loi parabolique de distribution radiale des températures à l'intérieur de l'éprouvette permet de déterminer le gradient de température à la surface :

$$\left(\frac{\delta\theta}{\delta r}\right)_{r=R} = \frac{2\Delta\theta_S^C}{R}$$

Si on applique le principe de conservation de la densité du flux de chaleur à travers la surface et la relation de Fourier :

$$\text{III.7} \quad \phi_{r=R} = - \frac{2\Delta\theta_S^C \lambda}{R}$$

Expérimentalement, nous mesurons :

$$\text{III.8} \quad \phi_{r=R} = \left(\frac{d\theta}{dt}\right)_m \frac{\rho V c}{S}$$

Soit, en identifiant

$$\text{III.9} \quad \Delta\theta_S^C = \left(\frac{d\theta}{dt}\right)_m \frac{\rho V c R}{2\lambda S}$$

Pour une éprouvette de propriétés données, l'écart de température entre le centre et la surface est une fonction de la vitesse de refroidissement :

$$\Delta\theta_S^C = K \left(\frac{d\theta}{dt}\right)_m$$

Nous avons déterminé les valeurs de $K = \frac{\rho V c R}{2\lambda S}$ pour des éprouvettes cylindriques de différents rayons et de hauteur égale à l'unité. Ces valeurs concernent la zone centrale de cylindres limités, dès l'instant où l'on peut admettre l'absence de gradient de température axial (figure III.17). Pour déterminer l'écart de température θ_S^C à un instant quelconque du refroidissement par caléfaction d'un cylindre, il suffit donc de mesurer la vitesse de refroidissement au centre, les vitesses $\left(\frac{d\theta}{dt}\right)_c$ et $\left(\frac{d\theta}{dt}\right)_m$ étant pratiquement identiques. On peut même se dispenser de cette mesure si l'on connaît la valeur du coefficient de passage $\underline{h}$. Il suffit en effet d'appliquer à nouveau le principe de conservation du flux de chaleur de chaque côté de la surface :

$$\Delta\theta_S^C = \frac{h R (\theta_S - \theta_{Eb})}{2\lambda}$$

Nous avons utilisé chacune des deux relations ci-dessus pour calculer l'écart de température pendant le régime de caléfaction. Les résultats obtenus sont généralement en parfait accord avec les résultats expérimentaux. Cependant, nous avons parfois observé des divergences de l'ordre de 10 %.

Par exemple, pour une éprouvette de 8 mm de diamètre et de 24 mm de hauteur, trempée dans l'eau à 90°C, on mesure et on calcule, quand $\theta_S = 600^\circ\text{C}$, $\Delta\theta_S^C = 13^\circ\text{C}$, mais pour une éprouvette

homothétique de 60 mm de diamètre, on mesure $\Delta\theta_S^C = 125^\circ\text{C}$, le calcul donnant $\Delta\theta_S^C = 138^\circ\text{C}$.

Remarque

Notre méthode de calcul de l'écart de température $\Delta\theta_S^C$ donne des résultats confirmés par l'expérience dans le domaine des températures superficielles élevées, c'est-à-dire au début de la trempe. Elle permet donc de connaître la valeur maximale atteinte par cet écart pendant le régime de caléfaction.

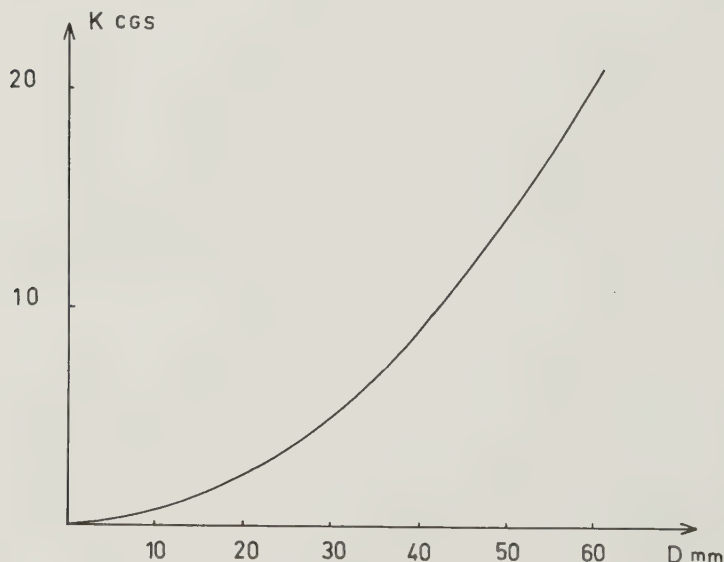


FIGURE III.17

Variations, en fonction du diamètre de l'éprouvette, du coefficient K qui définit l'écart $\Delta\theta_S^C$ à partir de la vitesse $\left(\frac{d\theta}{dt}\right)_m$ de refroidissement de S cylindres en nickel homothétiques, de hauteur égale à trois fois le diamètre.

Inversement, la mesure expérimentale de $\Delta\theta_M^C$, peut servir au calcul du coefficient h . Mais, aux difficultés expérimentales de mesure de $\Delta\theta$, s'ajoute, aux plus basses températures, une imprécision due aux défauts d'uniformité de la température θ_S qui limite l'intérêt de cette méthode dans le domaine des basses températures.

Dans ce troisième paragraphe, nous avons défini et déterminé les conditions expérimentales précises dans lesquelles le régime de caléfaction apparaît. Puis nous avons montré que ce mode de vaporisation du liquide de trempe se caractérise par un écart de température relativement faible, lié à un faible coefficient de passage de la chaleur. A partir des données quantitatives ainsi obtenues, nous pouvons prévoir le mode de refroidissement de trempe d'une pièce cylindrique et, en particulier, savoir s'il se formera ou non une couche de caléfaction ; dans l'affirmative, nous sommes capables de prévoir la loi de refroidissement.

IV. REGIME DE REFROIDISSEMENT PAR EBULLITION NUCLEE DU LIQUIDE SUR LA PAROI DE L'EPROUVETTE

L'apparition du régime d'ébullition peut se produire dans deux circonstances différentes :

- si la température de contact initial θ_{ci} est nettement supérieure à L_s , ce régime se substitue au régime de caléfaction, dès que la température pariétale θ_S atteint la valeur L_s .

- si, au contraire, θ_{ci} est inférieure à L_i , il s'établit dès l'instant du contact.

Le contact direct entre la paroi chaude et l'eau provoque la formation d'une quantité très importante de vapeur qui quitte la surface sous la forme de bulles, dont une partie

se recondense dans le liquide, si θ_L est inférieure à 100°C et l'autre se dégage directement dans l'atmosphère. Ce mécanisme de passage de la chaleur d'un solide vers un liquide vaporisable, permet des échanges beaucoup plus rapides que ce que l'on obtient en période de caléfaction. La vitesse moyenne de refroidissement de l'éprouvette et l'écart de température $\Delta\theta_S^C$ entre le centre et la surface, atteignent simultanément leur valeur maximale.

Il est important de connaître la valeur maximale de la densité du flux de chaleur qui, passant de l'éprouvette dans le liquide, permet d'atteindre la vitesse maximale de refroidissement et, par suite, l'écart maximal de température dans l'éprouvette.

IV.1 Flux de chaleur transmis par ébullition nucléée

Le coefficient h de passage de la chaleur du solide au liquide dépend, pour un liquide donné :

- de la température de la surface d'échange
- de sa nature physico-chimique
- de sa macro et microgéométrie
- de la pression hydrostatique totale appliquée à cette surface.

Nous avons fixé les facteurs suivants :

- la surface de l'éprouvette est recouverte d'une pellicule de NiO formée à l'air, à 800°C .
- nos échantillons sont des cylindres homothétiques de rapport hauteur/diamètre égal à trois.
- leur état de surface microgéométrique est défini par leur polissage jusqu'au papier potée 000.

En fait, Chevrier (25) vient de montrer que, si les stries d'usinage ont une influence sur l'ébullition, les lignes de polissage n'en ont aucune car on obtient strictement les mêmes résultats lorsqu'on polit à l'un quelconque des papiers potée ou émeri.

- la pression hydrostatique appliquée à la surface du métal est pratiquement constante puisque nous opérons à la pression atmosphérique et maintenons constante la profondeur d'immersion de l'éprouvette.

Lorsqu'on passe de la pression atmosphérique à la pression de 70 atmosphères qui correspond à l'effet maximal, le flux de chaleur passe, d'après la courbe donnée par Kazakova (26) à une valeur quatre fois plus élevée. On voit que la valeur précise de la pression atmosphérique, au moment de l'expérience, a une influence négligeable puisque la variation relative maximale est de l'ordre de 7 %.

Les seuls paramètres que nous ayons fait varier sont donc la température de la surface d'échange et la taille de l'éprouvette.

L'approximation que nous avons faite pour calculer la densité du flux de chaleur à travers la paroi de l'éprouvette, dans le cas du régime de caléfaction, n'est plus valable dès que l'ébullition se déclenche. Il n'est plus légitime de considérer qu'à un instant quelconque du refroidissement, tous les points de l'éprouvette se refroidissent à la même vitesse. Si l'on se place, au contraire, à l'instant particulier où $\Delta \theta_S^C$ atteint sa valeur maximale, c'est-à-dire $\frac{d \Delta \theta_S^C}{dt} = 0$ il en est de même pour la différence de température entre le centre et un point quelconque de l'éprouvette par suite de l'existence, à chaque instant du refroidissement, d'une loi de répartition de la température $\theta = f(r)$ qui, comme nous l'avons déjà montré, est parabolique dans le cas d'une éprouvette cylindrique.

Cet instant particulier du refroidissement est certainement le plus important car c'est précisément à cet instant que le flux de chaleur échangé est maximal et que la vitesse moyenne de refroidissement atteint sa valeur maximale; à cet instant précis, le calcul de $\underline{h}$ devient possible.

Nous avons montré, au chapitre I, que la température moyenne $\underline{\theta}_m$ de l'éprouvette est, conformément à la loi de répartition parabolique de la température à l'intérieur d'un cylindre, égale à la moyenne $\underline{\theta}_m = \frac{\underline{\theta}_C + \underline{\theta}_S}{2}$ de la température au centre $\underline{\theta}_C$ et de la température pariétale $\underline{\theta}_S$.

Dans le cas de l'eau bouillante, on part des courbes $\Delta \theta_M^C = f(t)$ et $\theta_C = g(t)$ des figures III, 8 et 9, que nous avons établies dans le cas d'un cylindre de 24 mm de diamètre et de 72 mm de hauteur. Nous en déduisons la courbe de variations de $\underline{\theta}_m = \frac{\underline{\theta}_C + \underline{\theta}_S}{2}$ et sa courbe dérivée, qui représente les variations de la vitesse moyenne. On trouve que, pour $\theta_S = 169^\circ\text{C}$, que cette vitesse moyenne atteint sa valeur maximale de $15,4^\circ\text{C/s}$. Le flux atteint alors $9,85 \text{ cal/cm}^{-2}\text{s}$; la valeur maximale du coefficient de passage est $h_{\text{max}} = 0,164 \text{ cal/cm}^2\text{s}(^\circ\text{C})$ soit, $h = 5904 \text{ k. cal.m}^{-2}\text{heure}^{-1}(^\circ\text{C})^{-1}$.

Dans le cas où l'eau est à une température inférieure à 100°C , on utilise la même méthode en prenant une petite éprouvette de 8 mm de diamètre et de 24 mm de hauteur et en partant d'une température à peine supérieure à T_S . Nous limitons ainsi, dans toute la mesure du possible, l'échauffement de l'eau qui se produit avant que l'on atteigne la vitesse maximale.

Les résultats obtenus figurent au tableau III.H

Tableau III.H

Température de l'eau en °C	20	40	60	70	80	90	100
$(\frac{d\theta}{dt})_m$ max °C/s	430	305	225	176	116	68	38
$\frac{\phi}{S}$ max cal/cm ² .s°C	90	64	47	37	24,5	15	8
θ_S pour $\frac{\phi}{S}$ max	439	365	300	267	221	180	151
h max C G S	0,265	0,250	0,235	0,220	0,202	0,188	0,164

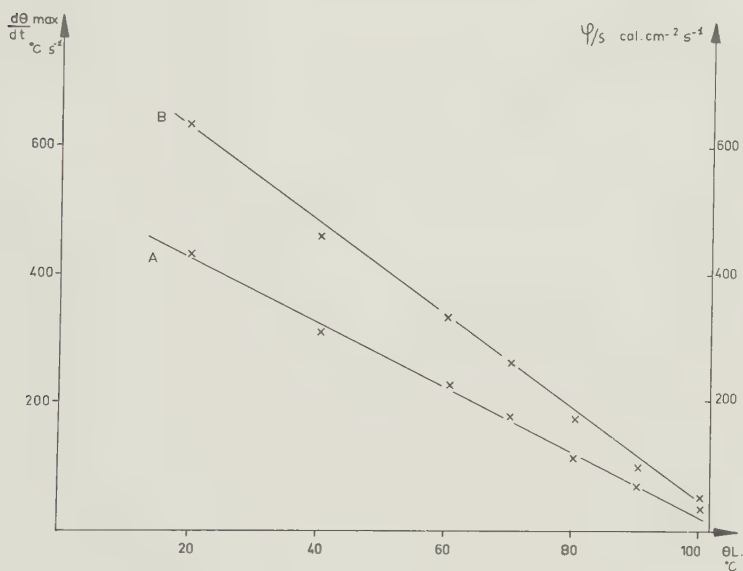


FIGURE III.18

Variations, en fonction de la température θ_L de l'eau pendant la trempe d'une éprouvette cylindrique en nickel de 8 mm de diamètre et 24 mm de hauteur :

A - de la vitesse $(\frac{d\theta}{dt})_C$ de refroidissement maximale du centre

B - de la densité maximale du flux de chaleur

La figure III.18 représente les variations de $\frac{\phi}{S}$ en fonction de la température de l'eau. On voit qu'elles sont très sensiblement linéaires ; la pente de la droite est de 7,5 calories par degré d'abaissement de la température de l'eau. Nous avons ensuite déterminé, en fonction de la température de l'eau, la valeur maximale $\underline{h}_{\max.}$ du coefficient de passage (figure III.19).

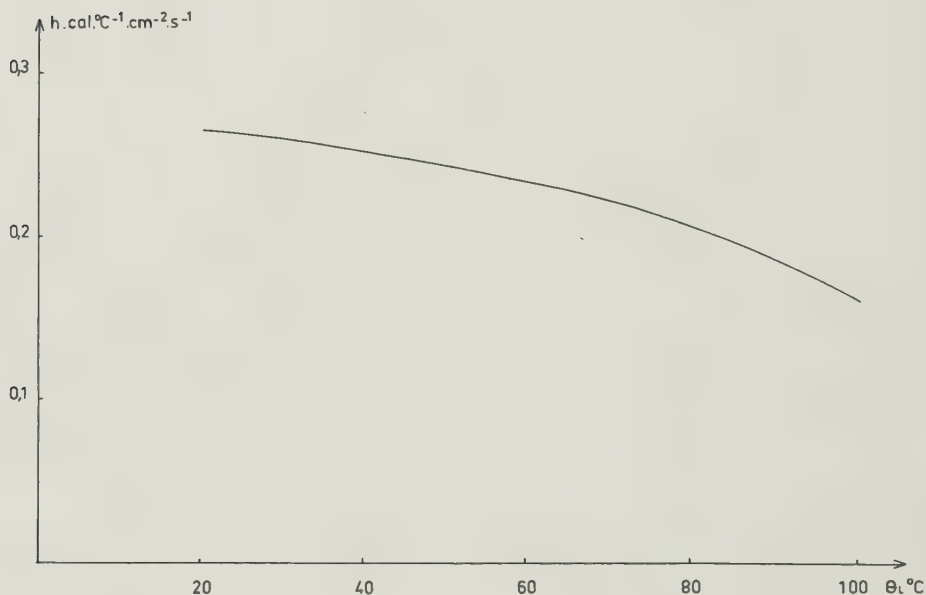


FIGURE III.19

Variations du coefficient $\underline{h}$ de passage maximal de la chaleur par ébullition nucléée, sur une surface de nickel polie et oxydée, en fonction de la température θ_L de l'eau.

IV.2 Ecart de température pendant le régime d'ébullition nucléée

Nous venons de montrer qu'à l'instant où se produit la transition vaporisation en film-ébullition nucléée, le coefficient d'échange de la chaleur $\underline{h}$, la vitesse moyenne de refroidissement $\frac{d\theta_m}{dt}$ et l'écart de température $\Delta\theta_S^C$ passent simultanément par leur valeur maximale. Cela se produit souvent à une température relativement basse, où la plasticité du métal est faible. Il en résulte une accumulation des tensions internes qui produisent parfois une déformation permanente du métal conduisant, dans certains cas, à l'apparition de tapures.

Dans le cas des aciers, ces phénomènes sont aggravés par la transformation martensitique qui produit un important accroissement de volume.

Il est donc facile de déterminer les conditions dans lesquelles l'écart de température $\Delta\theta_S^C$ est maximal. Nous avons fait une étude systématique de l'influence de différents facteurs sur la valeur maximale de cet écart.

IV.2.1 Facteur température initiale de trempe

Deux cas se présentent suivant que l'eau se trouve ou non à sa température d'ébullition.

a - l'eau est en ébullition

Les phénomènes qui se produisent lors de la trempe à partir d'une température θ_o , peu supérieure à T_i , sont extrêmement complexes. Tant que θ_o est compris entre T_i et T_s , on observe le régime transitoire de vaporisation que nous avons décrit au début

de ce chapitre. Ce régime mixte d'ébullition nucléée et de caléfaction, s'étend de façon pratiquement uniforme sur la surface de l'éprouvette. Lorsqu'au contraire, θ_o est supérieure à T_s , l'influence des extrémités de l'éprouvette devient prépondérante et l'on observe, dans la région médiane de l'éprouvette, une couche de caléfaction séparée d'une zone soumise au régime d'ébullition nucléée par une petite région intermédiaire qui se trouve en régime transitoire. Comme les couples de mesure de $\Delta\theta_M^C$ se trouvent dans la zone médiane, leur réponse est influencée uniquement par le lent refroidissement de caléfaction, tant que la zone de caléfaction est très large mais devient de plus en plus sensible au refroidissement brutal d'ébullition au fur et à mesure que cette zone se rétrécit. Ce phénomène explique que l'accroissement de $\Delta\theta_{\max}^C$ s'étale très nettement au dessus de $\theta_o = T_s$ (figure III.13), ce qui correspond, dans le cas du refroidissement en régime permanent, à une déformation de la courbe de Nukiyama. Les gradients de température élevés qu'entraîne ce phénomène conduisent à des échanges de chaleur intenses qui sont utilisés, dans le cas du régime permanent, dans le "vapotron" dont les ailettes maintiennent le mode de vaporisation que nous appelons régime transitoire.

Sur la courbe de variations de $\Delta\theta_M^C$ max. en fonction de θ_o , on doit distinguer trois zones : la zone AB correspond à des courbes de refroidissement de type M, la zone CD à des courbes de type P et la zone intermédiaire BC à des courbes de type I. Nous apportons donc une définition précise de ce type de courbes : on les obtient lorsque la température θ_o est trop faible pour que la couche de caléfaction qui s'établit à l'instant du contact puisse se maintenir au voisinage des extrémités de l'éprouvette.

Rappelons que dans le cas de l'eau en ébullition, $T_i = 200^\circ\text{C}$, $T_s = 215^\circ\text{C}$. Pour une éprouvette cylindrique de 24 mm de diamètre et de 72 mm de hauteur, le point C est situé à $\theta_o = 380^\circ\text{C}$.

L'intervalle de températures initiales qui conduit aux courbes de type I, s'étend donc sur 165°C.

Il faut remarquer, sur la figure III.13 que lorsque θ_o passe de 380°C à 800°C, l'écart $(\Delta\theta_M^C)_{\max}$ augmente de 5°C, par suite du faible abaissement de la température de l'eau que nous avons signalé plus haut. C'est le léger accroissement du coefficient h qui produit cet effet.

b - l'eau est à une température inférieure à 100°C

Dans ce cas, une partie de la chaleur cédée par le métal au liquide élève la température de ce dernier et l'autre partie est utilisée à le vaporiser. L'élévation de température du liquide dépend évidemment de la capacité calorifique de l'éprouvette. En particulier, si la capacité calorifique de l'éprouvette est très grande par rapport à celle du bain, la loi de refroidissement s'approche de celle que l'on obtient dans le cas de la trempe dans l'eau à 100°C. La caléfaction apparaît à une température de plus en plus basse (figure III.3).

Si l'on remplace l'eau par un autre liquide vaporisable, par exemple par une huile industrielle de trempe, on obtient une courbe analogue à celle de l'eau. Le phénomène de caléfaction apparaît lorsque la température initiale θ_o est de 550°C. Il produit un fléchissement net de la courbe $(\Delta\theta_M^C)_{\max} = f(\theta_o)$ (figure III.4).

Pour des températures initiales supérieures à 700°C, l'échauffement de l'huile qui se produit pendant le régime de caléfaction, déplace la température limite L_s vers les basses températures. Il faut toutefois noter que $(\Delta\theta_M^C)_{\max}$ diminue plus lentement dans le cas de l'huile que dans celui de l'eau parce que

la viscosité de l'huile diminue lorsque la température s'élève, ce qui entraîne un accroissement du coefficient h .

IV.2.2 Facteur température du liquide

Pour éviter l'échauffement de l'eau, nous avons utilisé une éprouvette de petites dimensions, de 8 mm de diamètre et 24 mm de hauteur dont la capacité calorifique, de 0,21 cal/°C, est relativement faible. Nous l'avons trempée dans de l'eau prise à des températures comprises entre 20 et 100°C. Nous avons observé les faits suivants :

- d'une part la température à laquelle apparaissent à la fois la vitesse de refroidissement et l'écart de température les plus élevés diminue.

- d'autre part, le coefficient de passage h diminue.

Il en résulte, à température égale, une valeur absolue plus faible de $\Delta\theta_M^C$.

L'écart maximal de température localisé dans une éprouvette de trempe dépend donc de la valeur du coefficient h de passage de la chaleur à la température à laquelle le régime d'ébullition débute. Nous avons déjà déterminé chacun de ces deux facteurs.

IV.2.3 Mesure de l'écart de température maximal

Le calcul de l'écart maximal de température $\Delta\theta_S^C$ max n'est possible que dans le cas où la vitesse de refroidissement de la surface et le coefficient h de passage de la chaleur peuvent être considérés comme constants, pendant toute la durée du refroidissement. Or, si cette hypothèse est parfaitement valable pendant le régime de caléfaction, elle devient tout à fait incorrecte pendant le régime d'ébullition. Nous nous sommes donc contentés de déterminer expérimentalement cet écart.

En réalité, c'est la différence $\theta_C - \theta_M$ que nous avons mesurée. On peut la confondre avec $\Delta\theta = \theta_C - \theta_S$ pour des éprouvettes de grand diamètre. Ce n'est plus possible dans le cas des éprouvettes de faible diamètre.

D'autre part, le fait que h varie nous interdit l'extrapolation de θ_M à θ_S en utilisant la loi parabolique de répartition des températures.

Nous sommes encore amenés à distinguer deux cas, suivant la position de la température initiale θ_o par rapport à la limite inférieure T_i .

a - Trempe dans le cas où θ_o est inférieure à T_i

Lorsqu'on trempe une éprouvette de nickel recouverte de NiO dans l'eau à 20°C, on obtient des courbes $\Delta\theta_M^C = f(t)$ de type M dès l'instant que θ_o est inférieure à 500°C. L'écart total de température entre le point le plus chaud, c'est-à-dire l'axe de l'éprouvette et le point le plus froid, situé dans la région du liquide qui ne s'est pas échauffée, se répartit entre seulement deux phases, le métal et le liquide.

La figure III.20 qui représente l'écart de température mesuré dans une même éprouvette en fonction du temps lors de trempes depuis des températures θ_o de 200, 300, 400 et 500°C, montre que les parties décroissantes de ces courbes sont en coïncidence. La connaissance précise de la température superficielle θ_S permettrait de déterminer la fraction de l'écart total $(\theta_o - \theta_L)$ localisée dans l'éprouvette. La même figure montre que cette fraction augmente avec le diamètre de l'éprouvette et tend, à la limite vers une valeur égale à $(\theta_o - 100^\circ\text{C})$ puisque la surface se trouve déjà à la température du liquide voisin quand le signal thermique

n'a pas encore atteint le centre de l'éprouvette. Pour une éprouvette de 60 mm de diamètre, nous avons mesuré en effet un écart $\Delta\theta_M^C$ égal à 360°C, pour une température initiale θ_o de 500°C.

b - Trempe dans le cas où θ_o est supérieure à T_i

Il faut d'abord remarquer la mauvaise reproductibilité des résultats expérimentaux. Elle est due à l'apparition

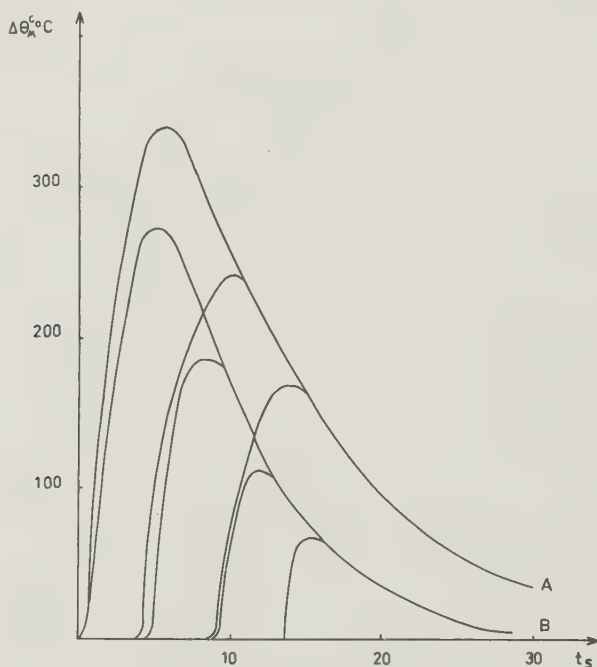


FIGURE III.20

Variations, en fonction du temps, de l'écart de température $\Delta\theta_M^C$ mesuré dans des cylindres en nickel, trempés depuis $\theta_o = 200, 300, 400$ et 500°C , dans de l'eau à 20°C .

A - courbes pour une éprouvette de 36 mm de diamètre

B - courbes pour une éprouvette de 48 mm de diamètre

du régime de caléfaction. La température de la soudure située près de la surface varie en effet de façon très sensible sous l'action d'imperceptibles modifications des conditions locales. Ces phénomènes sont très importants pour les éprouvettes de 36 mm et de 48 mm de diamètre. Nous attribuons ces irrégularités au régime transitoire très instable qui sépare le régime de caléfaction du régime d'ébullition.

Nous avons vu que la présence d'un régime de caléfaction rend inévitable, si la capacité calorifique de l'éprouvette est suffisante, un échauffement de l'eau qui produit, lors de la transition, une diminution de l'écart de température maximal. Cet abaissement de $(\Delta\theta_M^C)_{\max}$ apparaît pour une température de trempe d'autant plus basse que la capacité calorifique de l'éprouvette est plus grande. La transition entre les deux modes de vaporisation se fait plus tard.

IV.2.4 Influence, sur l'écart maximal de température, de la nature du métal constituant l'éprouvette

Pour un état de surface identique, c'est-à-dire obtenu par polissage jusqu'au papier potée 000, le nombre de sites d'ébullition dépend de la nature du métal au contact du liquide.

En particulier, si on compare le refroidissement par trempe depuis $\theta_0 = 800^\circ\text{C}$ dans de l'eau à 20°C d'une éprouvette de nickel et d'une éprouvette d'argent de 8 mm de diamètre et de 24 mm de hauteur, on obtient dans un cas comme dans l'autre, une courbe de type I (figure III.21). Cependant, dans le cas de l'éprouvette d'argent, le régime de caléfaction est plus fugace. Il en résulte une valeur élevée de $\Delta\theta_M^C$, soit 264°C , alors que l'on atteint seulement 195°C dans le cas du nickel, recouvert de NiO. Cela est dû à la valeur élevée de $\underline{h}$ au début du régime d'ébullition.

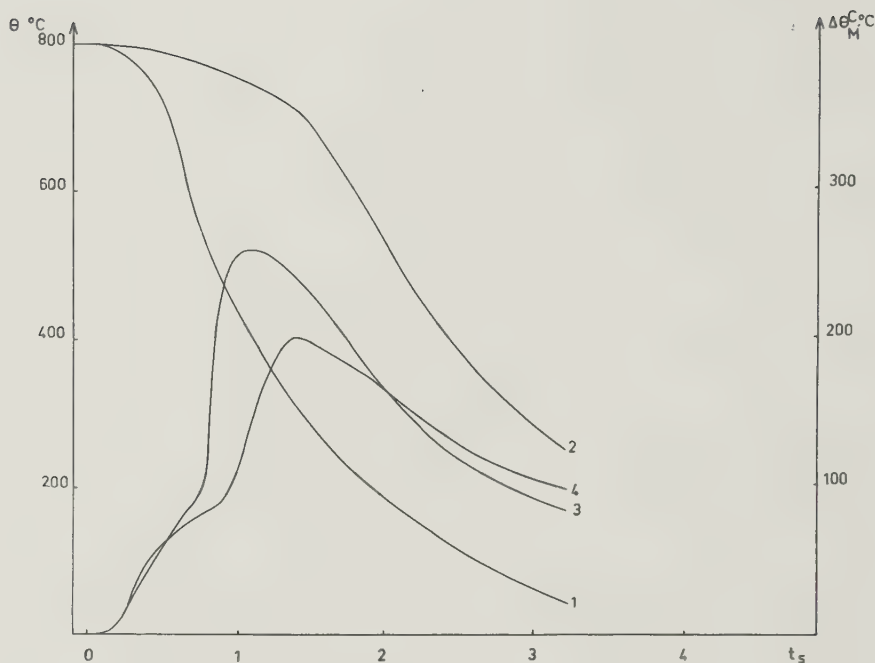


FIGURE III.21

Variations, en fonction du temps, au cours du refroidissement par trempe dans l'eau à 20°C, depuis $\Theta_0 = 800^\circ\text{C}$, d'éprouvettes cylindriques de 8 mm de diamètre et 24 mm de hauteur.

1 et 2 - courbes de refroidissement du centre d'éprouvettes en argent et en nickel

3 et 4 - courbes de variations de l'écart $\Delta\Theta_M^C$ pour des éprouvettes en argent et en nickel.

Une preuve expérimentale directe de l'influence prépondérante de la surface est fournie par le fait qu'une éprouvette de nickel identique à la précédente, mais recouverte par électrolyse d'un dépôt d'argent, trempée dans les mêmes conditions

subit un écart maximal de 258°C. La courbe $\Delta\theta_M^C = f(t)$ est encore de type I.

L'ensemble du présent chapitre montre que les propriétés physiques de la surface de l'éprouvette trempée dans un liquide vaporisable interviennent de façon déterminante à deux instants très différents du refroidissement.

- à l'instant du contact initial, elles déterminent la température θ_{ci} dont dépend toute la suite du refroidissement et, en particulier, l'existence d'une couche de caléfaction.

- au début de l'ébullition, elles déterminent, par l'intermédiaire du nombre de sites d'ébullition, la valeur du coefficient h de passage de la chaleur.

CHAPITRE IV

INFLUENCE DES PROPRIETES PHYSIQUES RESPECTIVES DU LIQUIDE DE TREMPER ET DE LA SURFACE DE L'ÉPROUVETTE SUR LA LOI DE REFROIDISSEMENT

L'étude des étapes du refroidissement qui résultent, pendant la trempe, des deux modes de vaporisation du liquide, nous a permis de définir les domaines de température où ils interviennent et de déterminer les valeurs correspondantes du coefficient h de passage de la chaleur. Nous avons montré que la loi de refroidissement et, par suite, l'écart maximal de température entre le centre et la surface de l'éprouvette, en dépendent directement. En particulier, il est apparu que la température à laquelle se produit la transition caléfaction-ébullition, a une action déterminante sur la température à laquelle cet écart passe par un maximum et sur la valeur de ce maximum.

Les facteurs qui déterminent cette température peuvent être classés en deux catégories : les uns dépendent

du liquide de trempe, défini par ses deux températures critiques $\underline{L}_i$ et $\underline{L}_s$, les autres de l'éprouvette, c'est-à-dire de sa température initiale θ_0 et de son coefficient superficiel d'arrachement thermique $E = \sqrt{\lambda c \rho}$.

Dans chaque domaine de refroidissement, les propriétés déterminantes sont d'une part, le coefficient de passage $\underline{h}$; d'autre part la capacité calorifique et la forme de l'éprouvette.

I - INFLUENCE DES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES DU LIQUIDE DE TREMPÉ SUR LE DOMAINE D'EXISTENCE DES DEUX MODES DE VAPORISATION

Les variations des propriétés physiques du liquide de trempe avec la température et le fait que tout échauffement local du liquide amorce un phénomène de convection naturelle, compliquent considérablement le problème, sauf dans le cas très particulier où le liquide est maintenu en ébullition. La définition très précise des conditions expérimentales est alors absolument indispensable. B. George (11) a montré l'influence très importante de facteurs comme la forme et les dimensions du bac de trempe, la profondeur d'immersion de l'éprouvette, sur les mouvements de convection au sein du liquide.

I.1 Nature du liquide

Dans le chapitre III, nous n'avons traité de façon complète que le cas de l'eau pour laquelle nous avons déterminé les températures limites de caléfaction, $\underline{L}_s$, et d'ébullition, $\underline{L}_i$, ainsi que les températures initiales de trempe $\underline{\theta}_0$ qui leur correspondent: $\underline{T}_s$ et $\underline{T}_i$.

Pour l'eau à 100°C, nous avons trouvé $\underline{L}_s = 200^\circ\text{C}$, $\underline{T}_s = 220^\circ\text{C}$ et $\underline{L}_i = 185^\circ\text{C}$ et $\underline{T}_i = 205^\circ\text{C}$.

Les phénomènes se produisent de façon qualitative-
ment identiques dans le cas des solutions aqueuses, des huiles de
trempe et de la trempe à -196°C , dans l'azote liquide. La déter-
mination systématique des valeurs $\underline{L_s}$ et $\underline{T_s}$, $\underline{L_i}$ et $\underline{T_i}$ pour ces dif-
férents milieux de trempe, fera l'objet de diplômes d'études supé-
rieures ou d'études approfondies.

Dans le cas des solutions aqueuses, le diplôme de
B. Vigneron (27) apporte déjà des éléments de description. Actuel-
lement F. Moreaux travaille à l'interprétation des phénomènes dits
"effets de sels" déjà mis en évidence par R. Bigot et B. Vigneron.
Notre méthode différentielle est particulièrement sensible à ces
effets. La dissolution de 10 % de chlorure de sodium dans l'eau,
fait passer la courbe $\Delta\theta_M^C = f(t)$ du type I au type M.

Dans le cas de la trempe dans l'huile, prise à 20°C ,
nous avons pu déterminer la température initiale limite $\underline{T_s}$ à par-
tir de laquelle la courbe $\Delta\theta_M^C = f(t)$ révèle la formation d'une
couche de caléfaction (figure III.4). $\underline{T_s}$ est déterminée de façon
précise par extrapolation à $t = 0$ de la courbe de variations de
la durée $\underline{t}$ du régime de caléfaction en fonction de la température
initiale de trempe $\underline{\theta_o}$. D'ailleurs, on observe, à cette même tempé-
rature, un fléchissement de la courbe $\Delta\theta_M^C = f(\theta_o)$. Comme dans le
cas de la trempe dans l'eau à 20°C , l'écart maximal de température
diminue à partir d'une certaine valeur de la température initiale $\underline{\theta_o}$.
Cette diminution est beaucoup plus importante que dans le cas de
l'eau à cause de l'épaisseur beaucoup plus grande de la couche de
caléfaction, due, en partie, au fait que la phase vapeur, formée
du produit de "cracking" partiel du liquide, n'est pas en équil-
bre dynamique avec celui-ci. La courbe $\Delta\theta_M^C = f(t)$ obtenue en trem-
pant une éprouvette de 24 mm de diamètre et de 72 mm de hauteur
depuis $\theta_o = 850^{\circ}\text{C}$ dans de l'huile à 20°C , présente deux maximums :
le premier correspond au début du régime de caléfaction et le se-
cond au début du régime d'ébullition (figure IV.1).

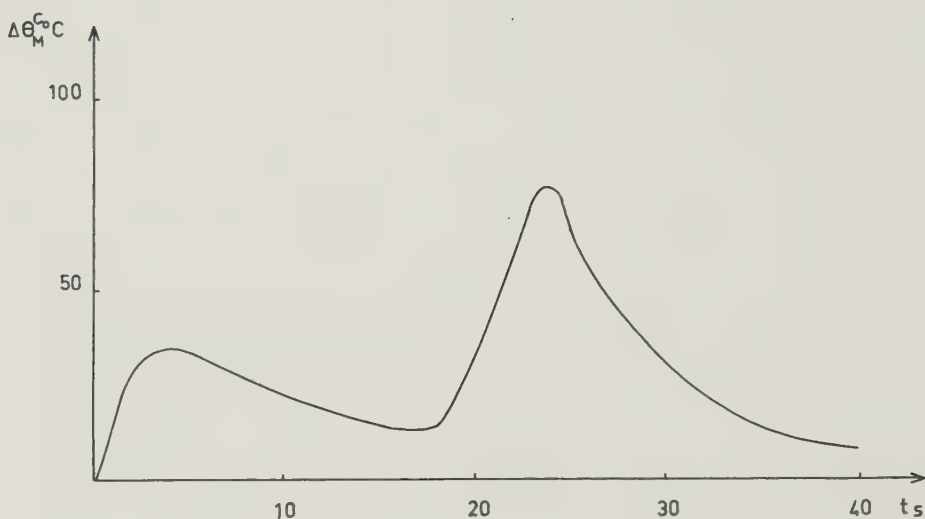


FIGURE IV.1

Variations, en fonction du temps, de l'écart de température $\Delta\theta_M^C$ dans une éprouvette cylindrique en nickel de 24 mm de diamètre et 72 mm de hauteur, trempée depuis 850°C dans de l'huile à 20°C.

Si l'on compare la trempe à l'huile à la trempe à l'eau, on constate que les caractères essentiels de la trempe à l'huile sont une valeur relativement élevée de la température de transition, l'étroitesse du domaine de températures initiales θ_o qui permettent un refroidissement par ébullition seule, l'importance du domaine de refroidissement par convection et les faibles

valeurs des vitesses de refroidissement donc des écarts de température qui sont liées à la viscosité élevée de l'huile.

Le refroidissement lent dans le domaine de la transformation martensitique des aciers limite considérablement les risques de déformation permanente des pièces et de tapûres.

I.2 Facteur température du liquide

Plus la température du liquide de trempe est élevée, plus les températures de transition $\underline{L_i}$ et $\underline{L_s}$ sont basses. Il en résulte des vitesses de refroidissement maximales ou des écarts de température $(\Delta\theta_M^C)_{\max}$ élevées.

Pour obtenir de très grandes vitesses de refroidissement, il faut éviter la caléfaction, donc partir d'une température de surface $\theta_{ci} < L_i$. Plus L_i est élevée et plus il est facile de réaliser un refroidissement de type $\underline{M}$ qui permet de très grandes vitesses, même aux températures élevées.

C'est ainsi que, dans le cas de l'eau, on obtient des pouvoirs de refroidissement extrêmement différents selon que l'on opère dans de l'eau à 100°C ou à 20°C.

Les courbes de la figure IV.2 permettent en effet de déterminer $\underline{T_i}$ et $\underline{T_s}$ dans le cas de la trempe d'une éprouvette de 8 mm de diamètre et de 24 mm de hauteur dans de l'eau à 20°C. On obtient $T_i = 650^\circ\text{C}$, $T_s = 690^\circ\text{C}$ d'où l'on tire, en appliquant la relation I.12, qui permet de calculer les températures superficielles de contact : $L_i = 495^\circ\text{C}$ et $L_s = 520^\circ\text{C}$.

F. Moreaux (28) a complété ces déterminations en effectuant des trempes dans l'eau prise à des températures comprises entre 20 et 100°C.

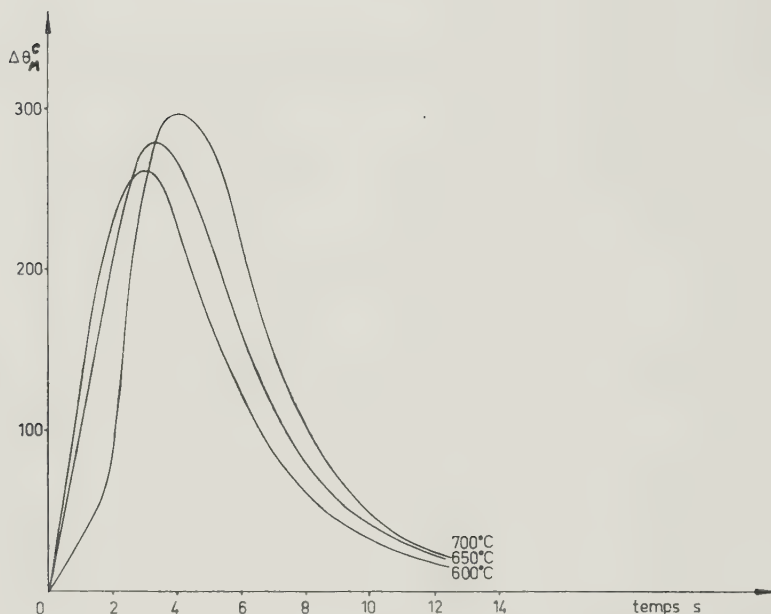


FIGURE IV.2

Variations, en fonction du temps, de l'écart de température entre le centre et un point situé à 1,5 mm de la surface d'une éprouvette cylindrique en nickel de 24 mm de diamètre et 72 mm de hauteur, trempée dans l'eau à 20 $^{\circ}\text{C}$, depuis $\theta_0 = 600, 650$ et 700 $^{\circ}\text{C}$.

II - INFLUENCE DE L'EFFUSIVITE PARIETALE DE L'EPROUVETTE SUR LES TEMPÉRATURES INITIALES LIMITES T_i ET T_s

La courbe de la figure IV.3 représente les variations de T_s , température initiale critique de trempe sans caléfaction, en fonction de la nature de la surface de contact avec le liquide, représentée par l'effusivité E . Elle montre qu'une petite variation de E a une très grande influence sur T_s dans

tout le domaine où $\underline{E}$ est relativement faible, c'est-à-dire, en pratique $E < 100$. Par contre, pour toutes les surfaces étudiées jusqu'ici, la relation $\theta_o > T_s$ est toujours remplie lorsqu'on trempe depuis $\theta_o = 800^\circ\text{C}$ dans l'eau à 20°C et la loi de refroidissement est toujours de type $\underline{P}$ ou $\underline{I}$. Il en résulte que, pour éviter la caléfaction, il faut couvrir la surface d'un film d'une substance ayant une effusivité $\underline{E}$ très faible comme le zircon, la thorine, le silicate de sodium et les verres de faible densité.

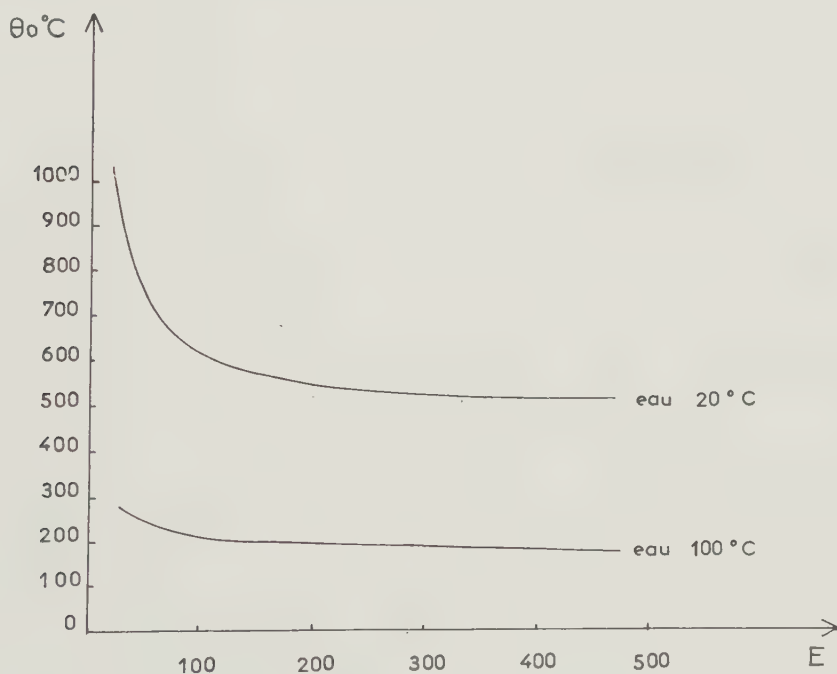


FIGURE IV.3

Variations de la température initiale critique de trempe $\theta_o = T_s$ en fonction de la valeur de E , coefficient superficiel d'arrachement thermique de l'éprouvette, pour l'eau prise à 20 et 100°C .

Le tableau IV.A ci-après donne les coefficients $\frac{E}{d}$ d'effusivité, de différentes substances, exprimés en $K \text{ cal.m}^{-2}.\text{°C}^{-1}\text{h}^{-\frac{1}{2}}$

Tableau IV.A

Substances	Ag	Ni	Ni-Cu	NiO	ZrO ₂	ThO ₂	SiO ₂ Na ₂
E	463	259	128	74	38	33	30

Nous allons montrer, dans le paragraphe suivant, comment on peut réaliser une loi de refroidissement donnée à l'avance en utilisant ces importantes propriétés.

III. RECHERCHE DES CONDITIONS OPTIMALES DE TREMPÉ

La relation III.9 entre la vitesse de refroidissement et l'écart de température $\Delta \theta_M^C = \theta_C - \theta_S$ entre le centre et la surface de l'échantillon

$$\text{III.9} \quad \Delta \theta_M^C = K \left(\frac{d\theta}{dt} \right)_m$$

montre que ces deux grandeurs importantes passent ensemble par leurs valeurs maximales.

Or, dans de très nombreux cas, une trempe n'est efficace que si elle est très rapide, mais des écarts $\Delta \theta_S^C$ élevés provoquent souvent des contraintes inadmissibles.

En pratique, on se retrouvera dans l'une ou l'autre des trois situations suivantes :

- il est primordial de refroidir très vite : on s'efforcera avant tout d'obtenir une vitesse maximale $\frac{d\theta}{dt}$ aussi élevée que

possible, ce qui conduit à provoquer l'ébullition du liquide de trempe dès les températures élevées. On devra alors accepter des contraintes importantes qui peuvent provoquer soit une déformation soit même une rupture de la pièce.

- il faut avant tout éviter les contraintes de trempe.

On essaiera de maintenir le régime de caléfaction jusqu'à des températures aussi basses que possible. On risque alors de ne pas pouvoir éviter les transformations qui nécessitent une trempe.

- les deux conditions antagonistes de la trempe, c'est-à-dire une vitesse de refroidissement élevée et des écarts de température $\Delta\theta_S^C$ faibles, doivent être respectées toutes les deux aussi bien que possible. On adopte alors une solution de compromis qui peut exiger une mise au point délicate nécessitant une connaissance précise des phénomènes. En pratique, la trempe de l'acier relève presque toujours de cette situation.

Nous allons montrer par la suite, comment on peut modifier, en pratique, les domaines de température de caléfaction et d'ébullition en film.

L'effusivité remarquablement faible du silicate de sodium nous a conduit à étudier la trempe de pièces recouvertes d'un film mince de cette substance. La présence de ce film permet d'éviter la vaporisation pelliculaire ce qui entraîne :

- une accélération considérable du refroidissement
- la suppression radicale de la discontinuité de h (ou de $(\frac{d\theta}{dt})$) à la transition caléfaction-ébullition nucléée, l'amélioration de la marge de manoeuvre dont on dispose à l'intérieur du dilemme évoqué un peu plus haut, grâce à l'abaissement de la constante K qui lie $\Delta\theta_M^C$ et $\frac{d\theta}{dt}$ (relation III.9).

Les deux dernières conséquences permettent de réaliser des vitesses de refroidissement élevées sans créer de gradients thermiques trop importants à l'intérieur de l'éprouvette.

III.1 Recherche de la vitesse maximale de refroidissement

Il ne s'agit pas ici de la vitesse instantanée $\frac{d\theta}{dt}$ mais de la valeur moyenne atteinte, au cours du refroidissement, dans l'intervalle de température $\theta_1 - \theta_2$. θ_2 est supposée nettement supérieure à la température du liquide θ_L . Pour obtenir la valeur la plus élevée possible de cette vitesse moyenne, il faut que deux conditions soient remplies :

- la température de transition L_s doit être supérieure à la température de contact initial θ_{ci} .

- le coefficient de passage de la chaleur h doit être aussi élevé que possible dans ce domaine de température. Nous allons considérer le cas où la surface d'échange est à température uniforme puis, celui où elle ne l'est pas.

III.1.1 Surface d'échange isotherme

L'éprouvette est à la température θ_o inférieure à T_s donnée par la relation :

$$IV.1 \quad T_s = \frac{L_s(E_s + E_L) - \theta_L E_L}{E_s}$$

E_s et E_L sont les coefficients d'arrachement thermique du solide et du liquide.

L_s est la limite supérieure du domaine de transition de vaporisation.

$\frac{\theta_L}{\delta}$ est la température du liquide.

Quand la condition IV.1 est remplie, la vitesse maximale $(\frac{d\theta}{dt})_{\max}$ est atteinte dès le début du refroidissement.

Il faut noter néanmoins que cette condition limite θ_0 a une valeur relativement faible qui n'est qu'exceptionnellement choisie pour les traitements de trempe des métaux.

La température θ_0 atteint en effet, pour une éprouvette en nickel dont la surface est oxydée, une valeur de 659°C dans le cas de la trempe dans l'eau à 20°C et 220°C dans le cas de l'eau prise à sa température d'ébullition. Pour une huile minérale de trempe, elle atteint 550°C environ.

III.1.2 Surface anisotherme

Si l'éprouvette de trempe est un cylindre de longueur infinie, sa surface est à température pratiquement uniforme pendant toute la durée du refroidissement. Nos expériences ont montré qu'au contraire, dans le cas d'un cylindre de longueur finie, les extrémités se refroidissaient d'autant plus vite que le rapport $\frac{S}{V}$ est localement plus grand, alors que le centre se refroidit suivant à peu près la même loi que le cylindre infini. Il en résulte, au moment de la transition entre les deux modes de vaporisation du liquide, un régime complexe où coexistent, sur la paroi, une zone centrale chaude où règne encore la caléfaction et des zones extrêmes où se produit l'ébullition nucléée avec, intermédiairement, une zone soumise au régime transitoire. Cette coexistence des trois modes de vaporisation permet un refroidissement très intense. On la retrouve en régime permanent dans les réseaux d'extensions locales, constitués d'ailettes dont les bases sont à une température voisine de la température de Leidenfrost et les extrémités à une température un peu inférieure à la température critique.

Dans ces conditions, Beurtheret (29) a mesuré des flux unitaires de 500 watts par cm^2 (2090 $\text{cal}/\text{cm}^2\text{s}$) entre une surface de cuivre et de l'eau en ébullition. Dans le cas d'une surface isotherme, on ne peut pas dépasser un flux de chaleur de 100 watts/cm^2 .

Dans le cas d'éprouvettes de trempe, l'anisothermie pariétale conduit, comme nous l'avons vu, à des courbes de refroidissement de type I.

Il en résulte une augmentation de la vitesse maximale de refroidissement, bien que l'on ait, à l'instant initial $\theta_{ci} > L_s$. L'écart maximal de température et la vitesse maximale de refroidissement augmentent, bien qu'il existe, au début du refroidissement, un régime de caléfaction. Nous avons là une nouvelle preuve de l'existence, en régime de trempe, c'est-à-dire en régime non permanent, d'un mode de vaporisation transitoire qui est lié à l'anisothermie de la surface.

III.1.3 Conclusion

En résumé, la vitesse moyenne de refroidissement la plus élevée, est réalisée si l'une des conditions suivantes est remplie.

Condition de température initiale

Nous appliquons la formule IV.1 et nous inscrivons dans le tableau IV.B, les valeurs critiques T_s , la température initiale de trempe θ_o de quelques métaux et oxydes métalliques, trempés dans l'eau et dans l'huile.

Tableau IV.B

Métal	Eau à 20°C	Eau à 100°C	Huile commerciale
Ni oxydé	545	198	513
Ni	659	220	549
Zr $\sqrt{\lambda c \rho} = 111$	620	215	532
ZrO ₂ $\sqrt{\lambda c \rho} = 30$	923	280	602
Ag	525	194	507

Condition de forme de la pièce

Une pièce de forme irrégulière se refroidit plus rapidement pour deux raisons distinctes : le rapport surface/volume est plus grand ; la valeur absolue de $\underline{h}$ est accrue du fait que la surface est anisotherme. Malheureusement, ces conditions de température et de forme n'ont, dans la plupart des cas, aucun rapport avec les températures réellement utilisées et les formes des pièces qui sont imposées par leur usage ultérieur. En outre, des pièces de forme compliquées, soumises à des refroidissements rapides, subissent de fortes déformations de trempe et même des tapûres.

III.2 Recherche de l'écart de température le plus faible possible entre la surface et les zones profondes de l'éprouvette

Puisque les conditions aux limites sont des conditions de Fourier, le rapport des gradients de température dans les deux milieux est égal au rapport de leurs conductivités thermiques. Il est également fonction à la fois de la valeur absolue de $\underline{h}$ et de sa discontinuité éventuelle. Si on ne peut éviter la température $\underline{L_s}$ de transition caléfaction-ébullition nucléée, on a intérêt à la

repousser vers une température aussi basse que possible.

Exemple

Si on trempe un cylindre de $\phi = 24$ mm et $h = 72$ mm depuis 700°C dans de l'eau à 20°C , $\Delta\theta_{\text{M}}^{\text{C}}_{\text{max}}$ atteint localement 285°C alors que dans la même éprouvette, trempée dans l'eau à 100°C elle ne dépasse pas 86°C . En modifiant la température du bain de trempe, on peut réaliser un compromis entre une vitesse de refroidissement élevée et des contraintes limitées. Le facteur température du bain permet, dans le cas de l'eau, de régler de façon continue, et cela dans un large domaine de vitesses de refroidissement, $\frac{d\theta}{dt}$ et l'écart de température $\Delta\theta_{\text{S}}^{\text{C}}$.

III.3 Trempe sans changement de mode de vaporisation

Même en choisissant les conditions les plus favorables, on ne peut tremper une éprouvette métallique depuis une température θ_0 élevée sans provoquer la vaporisation en film de l'eau. Cela apparaît de façon particulièrement claire sur les courbes de la figure IV.4 qui représentent les variations de la température θ_{ci} de contact initial, avec l'eau prise à 20°C ou à 100°C , en fonction du coefficient d'arrachement thermique E_{S} de la surface d'une éprouvette trempée depuis la température $\theta_0 = 800^{\circ}\text{C}$. On voit en effet sur ces courbes, que toutes les substances métalliques ont un point représentatif situé au dessus de la ligne pointillée qui sépare le domaine des refroidissements avec caléfaction du domaine d'ébullition nucléée.

Pour accroître le domaine de l'ébullition nucléée, on peut agir sur deux facteurs dont l'un concerne le liquide et l'autre les propriétés superficielles de l'éprouvette.

- En abaissant la température de l'eau, on augmente les températures L_{i} et L_{s} (28). Mais ce procédé n'ouvre que des possibilités limitées.

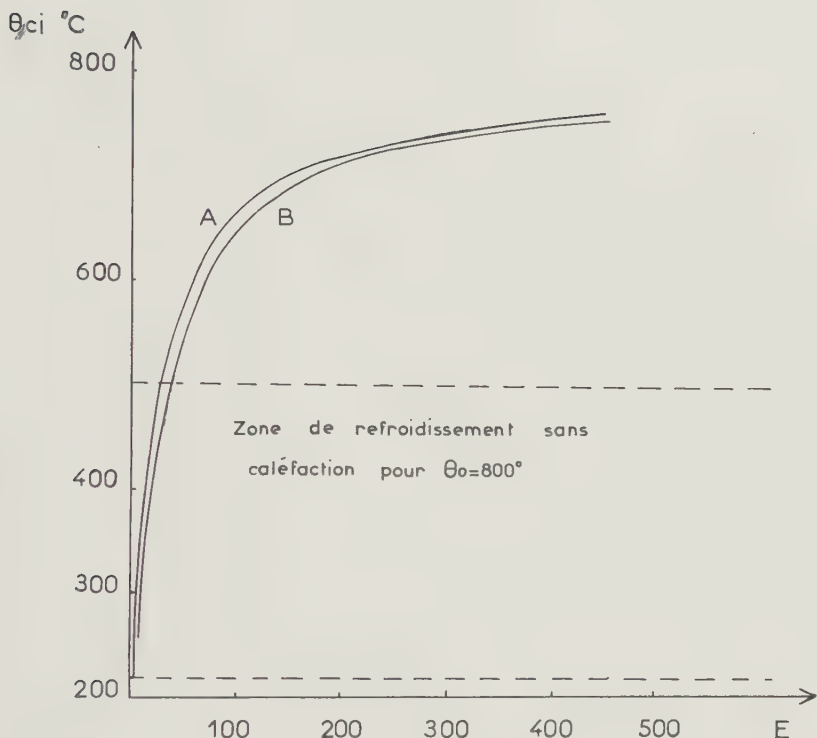


FIGURE IV.4

Variations, en fonction du coefficient E de la surface de l'éprouvette, de la température θ_{ci} , dans le cas de l'eau prise à $\theta_L = 20$ et 100°C . La ligne pointillée représente la limite des trempes sans caléfaction, quand $\theta_o = 800^\circ\text{C}$.

- On peut recouvrir la surface de l'éprouvette par un film mince et continu de coefficient d'arrachement thermique E_S très inférieur à celui que possède la surface de l'éprouvette, qu'elle soit nue ou oxydée.

La condition que doit remplir E_S pour obtenir cet effet s'écrit :

$$E_S \leq \frac{E_L (\theta_L - L_s)}{L_s - \theta_o}$$

IV.2

E_L représente le coefficient d'arrachement thermique du liquide de trempe qui est de 24,2 MKH pour l'eau. L'examen des courbes de la figure IV.4 montre que lorsque E_S possède une valeur très faible, la température de contact initial θ_{ci} diminue très rapidement avec E_S . Les substances les plus efficaces sont celles qui possèdent à la fois une très faible densité, une très faible chaleur spécifique et une très faible conductivité thermique. Naturellement elles doivent réunir un certain nombre d'autres qualités, en particulier former un film compact et adhérent et conserver, aux températures élevées, une valeur suffisamment faible de la conductivité thermique λ . Aussi ces substances sont-elles rares et le caractère réfractaire qui leur est imposé les rend souvent difficiles à utiliser. Jusqu'à présent nous ne sommes parvenu à utiliser correctement que le silicate de sodium, dont le coefficient E vaut 30 MKH, ce qui situe son point représentatif (figure IV.4) dans le domaine d'ébullition.

III.3.1 Technique de dépôt d'un film mince de silicate de sodium

Nous plongeons l'éprouvette dans une solution de silicate de sodium de densité égale à 1,33. Nous la faisons sécher à 80°C en la plaçant verticalement dans un courant d'air sec. Nous la retournons plusieurs fois pendant les quelques minutes où la solution reste fluide pour éliminer les surépaisseurs. Nous la maintenons ensuite, pendant 24 heures, dans une étuve à 110°C pour obtenir un séchage complet. Le silicate ne doit pas former une couche de mousse lorsqu'on porte l'éprouvette à la température initiale de trempe, qui est de l'ordre de 800°C.

L'épaisseur du film de silicate ainsi préparé est de l'ordre de 10 microns.

III.3.2 Comparaison des courbes de refroidissement d'éprouvettes de nickel enrobées et non enrobées.

Les expériences ont été faites sur des éprouvettes cylindriques de 24 mm de diamètre et de 72 mm de hauteur. La figure IV.5 permet de comparer les courbes de variations de θ_C , θ_M et $\Delta\theta_M^C$ en fonction de la température.

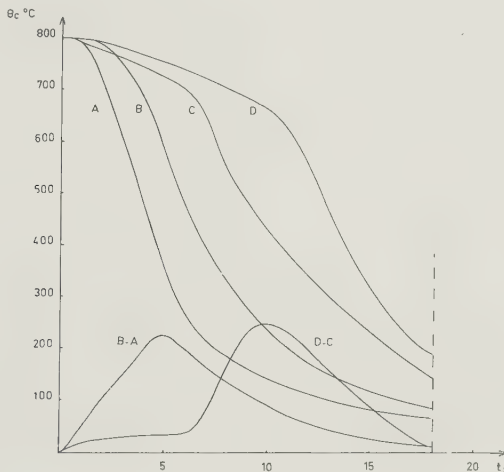


FIGURE IV.5

Trempe d'une éprouvette cylindrique en nickel, de 24 mm de diamètre et de 72 mm de hauteur, dans l'eau à 20 $^{\circ}\text{C}$.

(A) Température θ_M pour l'éprouvette enrobée. (B) Température θ_C (C) Température θ_M pour l'éprouvette non enrobée. (D) Température θ_C . (D-C) et (B-A) sont les différences $\Delta\theta_M^C$ dans les deux éprouvettes.

On voit immédiatement que l'éprouvette non enrobée présente une couche de caléfaction qui dure environ 7 secondes, alors que l'éprouvette enrobée donne une courbe de refroidissement de type M. L'influence du film de silicate sur la loi

de refroidissement est donc extrêmement nette. Elle se traduit par :

- un refroidissement beaucoup plus rapide pour l'éprouvette enrobée, dont la température au centre passe de 800°C à 400°C en 7 secondes seulement, alors que l'éprouvette non enrobée met 14 secondes pour parcourir le même intervalle de températures.
- la valeur maximale de l'écart de température est de 225°C dans le cas de l'éprouvette enrobée, contre 250°C dans celui de l'éprouvette non enrobée.

Le fait que la vitesse de refroidissement, la plus élevée est atteinte par l'éprouvette enrobée alors que l'écart de température maximal est subi, au contraire, par l'éprouvette non enrobée s'explique, comme nous l'avons indiqué au début du présent paragraphe, par l'influence du film de silicate sur la valeur de la constante K de l'équation III.9.

La figure IV.6 permet de comprendre les phénomènes. Elle représente, en effet, les variations de la température θ_M au point M , situé à 1,5 mm de la surface, en fonction de la température, pour la trempe de l'eau, depuis 800°C jusqu'à 20°C, de la même éprouvette de 24 mm de diamètre et de 72 mm de hauteur, enrobée ou non enrobée de silicate de sodium. Elle permet de déterminer l'accélération maximale du refroidissement dans l'un et l'autre cas.

$$\text{On trouve } \left(\frac{d^2\theta}{dt^2} \right)_{\max} = 59^\circ\text{C/s}^2 \text{ pour l'éprouvette enrobée}$$

$$\left(\frac{d^2\theta}{dt^2} \right)_{\max} = 73^\circ\text{C/s}^2 \text{ pour l'éprouvette non enrobée}$$

On voit que le choc thermique subi par l'éprouvette enrobée est très sensiblement plus faible que pour celle qui ne l'est pas. Malgré cette situation, qui se maintient pendant un temps très court, l'éprouvette enrobée atteindra une vitesse de refroidissement plus élevée. Cela explique que les contraintes accumulées dans l'éprouvette enrobée soient plus

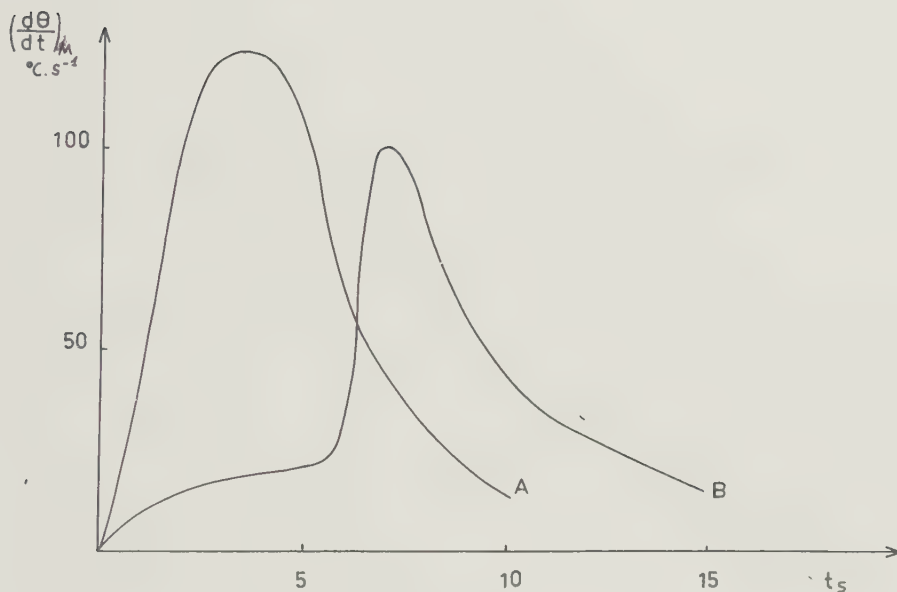


FIGURE IV.6

Variations, en fonction du temps, de la vitesse de refroidissement d'un point situé à 1,5 mm de la surface d'un cylindre de 24 mm de diamètre et 72 mm de hauteur, trempé depuis 800°C dans de l'eau à 20°C.

A - Avant enrobage

B - Après enrobage

faibles, bien que la vitesse de refroidissement maximale soit plus élevée. SATO (30) a mis en évidence l'influence d'une couche de substance réfractaire * sur le refroidissement d'une

* Cette substance est un mélange d'alumine, de silice, de magnésie, de carborundum d'alun, de kaolin, de cendres volcaniques, de scories, de sable, de verre, de mica, de coke, de graphite, de sucre, de carbonate de sodium et de borax et porte le nom de "tonoko"

éprouvette d'acier au nickel-chrome à 20 % de nickel et 20 % de chrome. Cet auteur pense avoir ainsi supprimé la couche de caléfaction mais l'examen des courbes expérimentales qu'il donne nous fait penser plutôt à une caléfaction très perturbée, analogue à celle que CHEVRIER (25) obtient par simple effet de rayure.

III.4 Application à la trempe de pièces en acier

La transformation martensitique des aciers au carbone ou des aciers faiblement alliés, exige la mise en oeuvre de vitesses de refroidissement élevées, difficilement réalisables dans les conditions habituelles de trempe. Le nez de la courbe de début de transformation isotherme se trouve, le plus souvent, à une seconde à peine de l'origine des temps. De plus l'accroissement de volume, lié à la transformation martensitique, crée des contraintes considérables. Pour éviter des accidents tels que la déformation de la pièce ou des tapures de trempe, il est nécessaire de refroidir l'éprouvette moins vite. On est alors amené, soit à accepter une dureté moins grande, soit à utiliser un acier contenant des additions qui lui confèrent une meilleure trempabilité, ce qui est une solution onéreuse qui ne permet pas d'atteindre des duretés superficielles très élevées. Nous avons effectué un certain nombre d'expériences qui montrent qu'en modifiant l'effusivité superficielle des pièces, on peut effectuer des trempes rapides qui n'entraînent aucun défaut de trempe. Nous nous sommes d'ailleurs placé très souvent dans des conditions extrêmement sévères. Nous allons citer ici un certain nombre d'exemples. Ils constituent autant de preuves expérimentales de la validité des hypothèses qui ont servi à notre description de la trempe d'une éprouvette métallique dans un liquide vaporisable. Les essais que nous décrivons n'ont pas été choisis. La méthode de trempe que nous préconisons nous a toujours permis d'éviter les défauts de trempe.

1er exemple - Trempe d'un acier au carbone de composition eutectoïde.

Des échantillons de forme cubique, d'environ 1 cm³ de volume, ont atteint par trempe à l'eau après enrobage des duretés superficielles de 68 et même 69 unités Rocknell C, traduisant le fait que les lois de refroidissement passaient, pour presque toute la masse de l'éprouvette, devant la courbe TTT de début de transformation.

2ème exemple - Trempe de l'acier au chrome à 1 % de C et 1,4 % de Cr.

On sait que cet alliage donne très facilement des tapures de trempe. Après un maintien d'austénitisation de 30 minutes à 850°C, en atmosphère confinée peu oxydante, nous avons trempé dans l'eau à 20°C deux cylindres de 18 mm de diamètre et de 60 mm de hauteur. L'un est nu l'autre est couvert d'un film de silicate de sodium de 10 μ d'épaisseur. Des mesures effectuées sur l'éprouvette non enrobée mettent en évidence une importante différence entre la dureté superficielle de la région centrale de l'éprouvette, qui est de $740 \text{ kg/mm}^2 \pm 20$ et celle des extrémités, de l'ordre de $800 \text{ kg/mm}^2 \pm 20$. De plus l'éprouvette a éclaté au cours de la mesure de dureté, effectuée 24 heures après la trempe, se séparant en deux morceaux identiques suivant le plan médian transversal de l'éprouvette, cependant qu'une tapure longitudinale se développait sans amener la rupture totale de la pièce (voir cliché IV.7).

Dans le cas de l'éprouvette couverte par un film de silicate de sodium de 10 μ d'épaisseur, la dureté superficielle est uniforme et sensiblement égale à celle que nous avons obtenu aux extrémités de l'éprouvette non enrobée. D'autre part nous n'avons observé aucune tapure et aucune déformation ma-

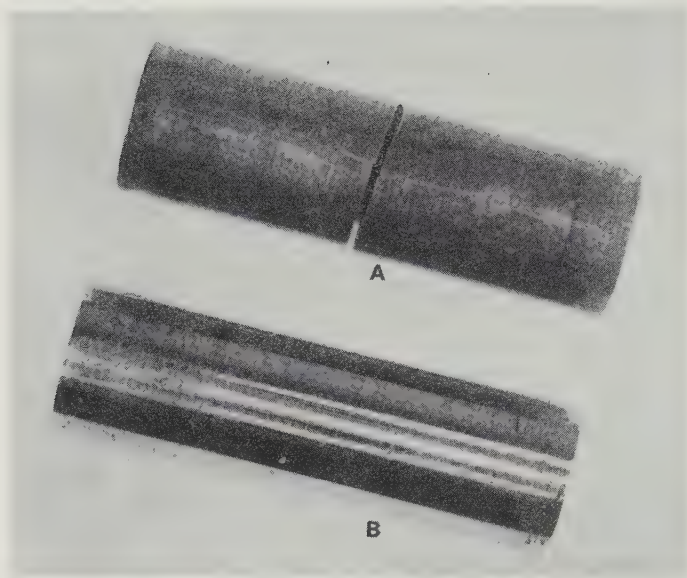


FIGURE IV.7

Comparaison entre deux éprouvettes cylindriques en acier à 1 % de carbone et 1,5 % de chrome.

A - Epreuve témoin, présentant deux tapures apparues quelques heures après trempe, à partir d'une empreinte de dureté.

B - Epreuve enrobée d'un film de silicate de sodium de 10μ d'épaisseur, intacte malgré les mesures.

crogéométrique de la pièce.

3ème exemple - Nous avons recommencé l'expérience précédente en utilisant deux éprouvettes du même alliage ayant la forme et les dimensions indiquées sur la figure IV.8. Le cylindre de grand diamètre et le petit cylindre ont été tournés dans la masse en évitant volontairement de ménager un congé.



FIGURE IV.8

Eprouvette du même alliage que ci-dessus, trempée à l'eau froide. On observe la cassure qui sépare les deux parties de l'éprouvette, l'écaillage de sa partie inférieure et la tapure apparue dans cette même partie.

Nous désirions en effet étudier une pièce dans laquelle les risques de tapures étaient aussi grands que possible.

Le cliché de la figure IV.8 montre que la pièce non enrobée est très sensible aux tapures de trempe. Nous avons observé d'une part des écaillages aux angles du grand cylindre ;

d'autre part, des tapures nettement localisées dans la région de raccordement des deux cylindres se sont propagées en convergeant vers l'axe des deux cylindres. Un léger effort a suffi pour séparer la pièce en deux parties. Nous avons également observé, comme dans les premières expériences, une tapure provoquée par une empreinte de dureté faite dans la région centrale du grand cylindre.

L'éprouvette enrobée n'a subi, au contraire aucun dommage. Pour éprouver sa résistance nous avons serré le grand cylindre dans un étau et appliqué un choc considérable sur le petit cylindre qui s'est rompu à quelques millimètres au dessus de la zone de raccordement. La cassure est de type fragile, ce qui est normal pour cet alliage trempé.

4ème exemple - Les limes demi-rondes posent un problème délicat de trempe, parce que le rapport volume/surface varie de façon importante, lorsqu'on se déplace d'une face à l'autre, dans une direction normale à la face plane. Il existe donc, dans cette direction, un gradient de température élevé et c'est la face arrondie qui atteint, la première, la température de début de la transformation martensitique. La face arrondie subit l'expansion, due à cette transformation, avant la face plane qui, encore à l'état d'austénite, se déforme plastiquement. Il en résulte une courbure des deux faces dans la direction longitudinale. Nous avons observé ces effets sur une lime en acier au carbone à 0,45 % de carbone. Nous sommes parvenu à éliminer complètement cette déformation en enrobant une lime identique dans un film de silicate de sodium d'environ 10μ d'épaisseur (cliché IV.9).

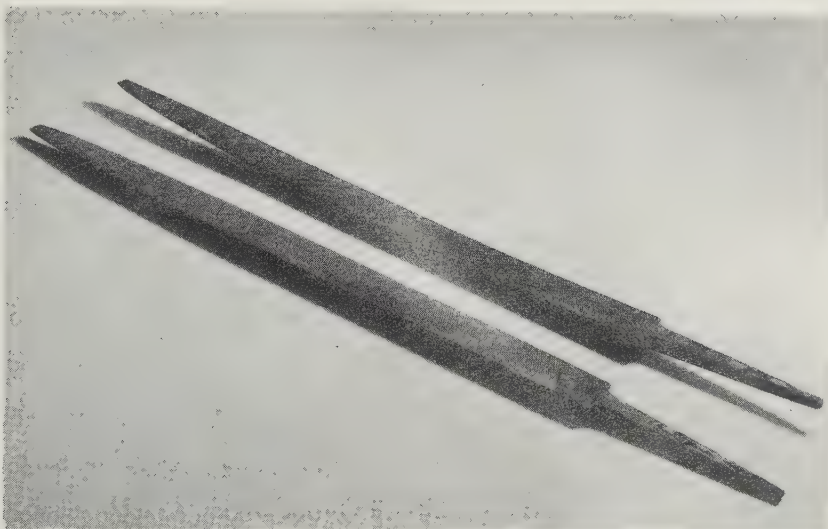


FIGURE IV.9

Comparaison entre deux limes en acier à 0,45 % de carbone, trempées à l'eau avec et sans enrobage. La courbure de la lime non enrobée apparaît nettement. La lime trempée après enrobage est restée parfaitement rectiligne.

CONCLUSIONS GENERALES

Nous avons mis au point une méthode différentielle d'enregistrement et de mesure des variations de l'écart de température entre le centre de l'éprouvette de trempe et un point situé au voisinage immédiat de sa surface.

Cette méthode permet, tout d'abord, de réduire considérablement les conséquences de "l'effet écran" qui déforme et affaiblit tout signal thermique émis par la surface du métal, jusqu'à le rendre imperceptible au centre de l'éprouvette, lorsqu'il est de faible amplitude ou de courte durée. Il en résulte une extrême sensibilité aux échanges thermiques brefs mais intenses de prise de contact entre le métal et le liquide de trempe ou de modification du mode de vaporisation du liquide. Dans ce même ordre d'idées, cette méthode permet de déceler l'apparition d'une couche de caléfaction fugace.

D'autre part, elle permet de déterminer, en régime de température pariétale continûment variable, la température θ_s de la surface d'une éprouvette cylindrique par un procédé d'extrapolation qui repose sur la loi parabolique de répar-

tition, de la température à l'intérieur de l'éprouvette.

Pour déterminer cette température superficielle aux instants critiques du refroidissement, c'est-à-dire à la mise en contact et aux changements de mode de vaporisation, cette méthode tombe en défaut. Dans le premier cas, nous déterminons θ_S par le calcul dans l'hypothèse de la validité de la théorie du contact brusque entre deux milieux semi-infinis. Nous avons apporté des preuves indirectes à l'appui de ce procédé. Dans le second cas, nous obtenons θ_S en étudiant directement le processus de vaporisation du liquide.

Au chapitre II, nous abordons l'étude de la trempe d'une éprouvette cylindrique dans un liquide non vaporisable. Nous définissons le régime initial de trempe comme une période à température pariétale stationnaire. Sa durée est accessible à l'expérience : nous la définissons comme le temps nécessaire pour que le signal thermique de contact émis par la surface de l'éprouvette de trempe devienne perceptible au centre de cette éprouvette. Nous pouvons également la calculer à partir du rayon du cylindre et des propriétés thermiques du métal qui le constitue. L'accord très satisfaisant entre la valeur mesurée et la valeur calculée constitue une première preuve indirecte de la validité de l'application que nous faisons de la théorie du contact brusque de deux milieux semi-infinis.

Dans le cas des liquides non vaporisables, le régime à température pariétale variable est un régime de convection naturelle. Le calcul de la vitesse moyenne de refroidissement et sa détermination expérimentale concordent tant que la température superficielle de l'éprouvette reste inférieure à la température de contact brusque. C'est une preuve semi-quantitative indirecte de la validité de nos hypothèses.

Au chapitre III apparaissent les phénomènes de vaporisation du liquide de trempe, qui bouleversent le contact initial. L'existence de deux modes de vaporisation différents, la vaporisation en film, ou caléfaction, et l'ébullition nucléée, conduit à distinguer deux processus de refroidissement suivant que la température de contact initial θ_{ci} est suffisante ou non pour créer un film de caléfaction. Dans le premier cas, on observera, au cours de la suite du refroidissement, une transition caléfaction $\longrightarrow$ ébullition nucléée qui apporte un nouveau choc thermique sur la surface de l'éprouvette.

Nous avons déterminé les températures limites L_i et L_s , caractéristiques du liquide de trempe, pris à une température donnée, qui définissent les domaines de températures pariétales pour lesquelles l'ébullition nucléée ou la caléfaction se produisent seules et entre lesquels on observe un mode de vaporisation mixte, souvent instable. Pour obtenir des températures de contact initial θ_{ci}' égales à L_i ou L_s il faut partir de températures initiales de trempe θ_o liées à L_i et L_s par la relation de la température de contact brusque entre deux milieux semi-illimités. Ces températures T_i et T_s représentent les températures initiales à partir desquelles il faut effectuer la trempe pour passer de refroidissements par ébullition seule à des refroidissements avec caléfaction, suivie d'ébullition.

Nous avons montré que l'on peut modifier considérablement T_i et T_s en recouvrant le métal d'un film constitué par une substance d'effusivité thermique très différente de la sienne. L_i et L_s ne sont pas influencées par cet artifice. Ce sont les valeurs numériques des coefficients de la relation du contact brusque, c'est à dire de la relation entre L_i et T_i d'une part, L_s et T_s de l'autre qui sont modifiés. On peut, en particulier, éliminer totalement la caléfaction sans modifier la température initiale de trempe θ_o en recouvrant

l'éprouvette d'un film dont l'effusivité thermique est très inférieure à celle du métal qui la constitue.

En éliminant la caléfaction, on obtient un refroidissement beaucoup plus rapide mais l'on évite le choc thermique de transition caléfaction $\longrightarrow$ ébullition nucléée et le métal est soumis à des gradients de température plus faibles. On aboutit finalement à ce résultat paradoxal qu'un refroidissement plus rapide, en moyenne, ne provoque aucune déformation et aucune taspure de pièces en acier au chrome de type 100 C 6 qui ont la réputation d'être très sensibles aux accidents de trempe.

Au cours de notre travail nous nous sommes attaché à déterminer la densité du flux de chaleur et le coefficient h de passage de la chaleur du métal au liquide chaque fois que ces déterminations étaient possibles.

Le calcul montre qu'au cours du régime initial la densité de flux de chaleur $\dot{q}$ décroît très rapidement depuis une valeur qui serait infinie, si l'équation de la chaleur était applicable lorsque l'on fait tendre t vers zéro, à une valeur de l'ordre de $50 \text{ cal/cm}^2 \cdot \text{sec.}$ pour une éprouvette de 24 mm de diamètre et de 72 mm de hauteur, trempée de 800°C dans de l'étain liquide pris à 300°C , à l'instant où le régime initial est terminé. Les valeurs de h peuvent être mesurées soit lorsque ce coefficient est indépendant de la température pariétale θ_s , comme c'est le cas au cours du régime de caléfaction, soit lorsqu'il passe par une valeur maximale, ce qui est le cas immédiatement après l'établissement du régime d'ébullition nucléée. C'est ainsi que nous avons trouvé $h = 6,25 \cdot 10^{-3}$ CGS pour la caléfaction dans l'eau bouillante et $h_{\text{max}} = 0,164$ CGS pour la valeur maximale atteinte au début du régime d'ébullition.

Nous avons montré qu'il est possible de dépasser cette valeur de h_{max} en favorisant le régime transitoire, intermédiaire entre la caléfaction et l'ébullition nucléée, par création d'une anisothermie artificielle de la surface grâce à la pulvérisation avant la trempe, d'une substance d'effusivité différente de celle du métal de façon à obtenir une couche discontinue. On peut alors atteindre des densités de flux de chaleur très élevées. Un tel système est, en régime à température pariétale variable, l'équivalent des réseaux d'extensions locales, qui assurent des échanges de chaleur intenses, en régime permanent, dans le "Vapotron". Cependant notre étude fait apparaître le rôle orienteur sur la suite du refroidissement des phénomènes très fugaces qui se produisent soit à l'instant du contact soit à la transition caléfaction $\longrightarrow$ ébullition nucléée. Il serait donc important d'enregistrer ces phénomènes par des moyens très rapides, par exemple par des procédés stroboscopiques dont nous ne disposions pas.

Malgré cette lacune, l'ensemble de nos résultats permet d'entrevoir de très nombreuses applications orientées dans les deux directions suivantes :

- Recherche de vitesses de refroidissement aussi élevées que possible pour une pièce métallique de masse et de forme données. On pourrait ainsi retenir et conserver à la température ordinaire et même à la température de l'azote liquide des structures très instables qui se transforment très rapidement.
- Limiter les contraintes et, de façon générale, tous les défauts provoqués par la trempe, sans accepter une diminution de la vitesse moyenne de refroidissement.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- (1) LEIDENFROST "Deaquae communis nonnullis proprietatibus tractatus". Duisbourg 1756
- (2) S. NUKIYAMA J. Soc. Mech. Engineers 37 (1934) 367 - 374. Japan
- (3) R. BIGOT et R. FAIVRE Rev. Metal. LIII N° 2 (1956) p. 131
- (4) R. BIGOT Thèse Docteur Ingénieur Nancy 1962
- (5) R. BIGOT C.R. Ac. Sc. 256 p. 162-164 (1963)
- (6) P. VERNOTTE Thermocinétique. Publications Scientifiques et techniques du Ministère de l'Air. N° 224
- (7) J. DE LACLEMENDIERE Quelques problèmes Métallurgiques étudiés à l'aide de la méthode des analogies électriques. Conf. Nat. des Arts et Métiers (Mars 1948)
- (8) F. BERGER Zeitung aug. Math und Mech 11 (1931) 45-48
- (9) P. VERNOTTE Calcul Numérique. Calcul Physique Application à la Thermocinétique PST (1956) N° 319
- (10) R. BIGOT Thèses Nancy 1964
- (11) B. GEORGE D.E.S. Nancy 1961

- (12) R. GIBERT Transmission de la chaleur -
1963 - Eyrolles.
- (13) J. MARTINET La détermination des constantes
thermiques des solides au moyen
des méthodes de régime variable
1965. PSTA N° 411
- (14) T.F. Russell Special Report n° 14. Iron Steel
Inst. (1936)
- (15) P. VERNOTTE C.R. Ac. Sc. 252 - 1961 page 2190
- (16) J. JACQ et M. CHATEAU C.R. Ac. Sc. 252 page 3201 et
page 3011
- (17) MAC ADAMS W.H. Transmission de la chaleur 1961 Dunod
- (18) E.R.G. ECKERT et
E. SOENHGHEN "Proceedings of the general
Discussion of Heat Transfer".
Am. Soc. of Mec. Eng. New York
1951
- (19) O.A. SAUNDERS Doc. Roy. Soc. (London) A 157
278-291 (1936)
- (20) W. STEVEN et G. MAYER Journal Iron and Steel Institute
169 (1961) 370-376
- (21) J.M. JACQUES D.E.S. Nancy 1968
- (22) R. SEMARIA et B. MARTINET Symp. on boiling heat transfer
Manchester. Proceedings 1965-
66. Volume 180. Part 3 C
- (23) A. SIMON D.E.S. Nancy 1964
- (24) AGRICOLA 1486-1556
- (25) J.C. CHEVRIER Communication privée
- (26) E.A. KAZAKOVA Engr's Digest. 12. 81-85 (1951)
- (27) B. VIGNERON D.E.S. Nancy 1964
- (28) F. MOREAUX et G. BECK C.R. Ac. Sc. 266 p. 74-76
8 janv. 1968
- (29) C. BEURTHERET C.R. Ac. Sc. 259 20 Juillet
1964
- (30) S. SATO Sci. Rep. Tokoku Imperial
Un. A. 21 (1962)
- (31) G.BECK et R.BIGOT C.R. Ac. Sc. 256 (14 Janvier 1963) 619
- (32) G.BECK et R.BIGOT C.R. Ac. Sc. 260 (8 Mars 1965) 2819
- (33) G.BECK C.R. Ac. Sc. 265 B (25 Septembre 1967)
page 713
- (34) G.BECK C.R. Ac. Sc. 265 B (9 Octobre 1967)
page 793
- (35) G.BECK C.R. Ac. Sc. 265 C (13 Novembre 1967)
page 1227
- (36) G.BECK et R.BIGOT Rev. Métallurg. (Mém.Sci.) 58 N°8
pages 581-586.

TABLE DES MATIERES

CHAPITRE I

BASES EXPERIMENTALES ET THEORIQUES

I. <u>Méthode expérimentale</u>	2
I.1. Dispositif de trempe	5
I.2. Méthode de mesure	11
I.3. Enregistrement	18
II. <u>Bases théoriques de notre description de trempe</u>	21
II.1. Calcul de la température de contact brusque à la surface d'une éprouvette trempée dans un liquide	22
II.2. Détermination de la température pariétale θ_s d'une éprouvette cylindrique en $\frac{S}{c}$ cours de refroidissement, par extrapolation des mesures de θ_c et θ_m	28
II.3. Détermination de la température moyenne d'une éprouvette en cours de refroidissement.	

CHAPITRE II

<u>TREMPE DANS UN LIQUIDE NON VAPORISABLE</u>	35
I. <u>Régime initial à température pariétale stationnaire</u>	36

I.1. Définition et détermination de la durée du régime initial	39
I.2. Calcul de la température θ_{ci} de contact brusque	45
I.3. Calcul du flux de chaleur traversant la surface de l'éprouvette pendant le régime initial	46
I.4. Influence des propriétés superficielles de l'éprouvette sur le régime de refroidissement	50
I.5. Calcul de l'écart de température $\theta_c - \theta_s$ dans l'éprouvette pendant le régime initial de trempe	53
II. <u>Régime de refroidissement à température pariétale non stationnaire.</u>	55
II.1. Evolution de la température pariétale	56
II.2. Refroidissement de l'ensemble de l'éprouvette	57
II.3. Détermination de l'écart maximal de température $\Delta \theta_{max} = \theta_c - \theta_m$ entre le centre et un point voisin c_m de la surface de l'éprouvette	65

CHAPITRE III

<u>INFLUENCE DE LA VAPORISATION DU LIQUIDE DE TREMPÉ SUR LE REFROIDISSEMENT D'UNE EPROUVETTE METALLIQUE</u>	71
I. <u>Résultats expérimentaux</u>	73
I.1. Facteurs liés à la nature de l'éprouvette	73
I.2. Facteurs liés au liquide de trempe	77
II. <u>Domaine de température caractéristique de chaque mode de refroidissement.</u>	82
II.1. Instant et régime initial	82
II.2. Régime de caléfaction, puis d'ébullition nucléée	88

III. <u>Détermination du coefficient de passage et de l'écart de température dans l'éprouvette pendant le régime de caléfaction.</u>	90
III.1. <u>Détermination du coefficient superficiel de passage de la chaleur</u>	90
III.2. <u>Ecart de température $\Delta\theta = \theta_c - \theta_m$ dans l'éprouvette pendant le régime de vaporisation en film</u>	109
IV. <u>Régime de refroidissement par ébullition nucléée du liquide sur la paroi de l'éprouvette.</u>	115
IV.1. <u>Flux de chaleur transmis par ébullition nucléée</u>	116
IV.2. <u>Ecart de température pendant le régime d'ébullition nucléée</u>	121

CHAPITRE IV

INFLUENCE DES PROPRIETES PHYSIQUES RESPECTIVES DU LIQUIDE DE TREMPÉ ET DE LA SURFACE DE L'ÉPROUVETTE SUR LA LOI DE REFROIDISSEMENT.

I. <u>Influence des propriétés physico-chimiques du liquide de trempe sur le domaine d'existence des deux modes de vaporisation</u>	132
II. <u>Influence de l'effusivité pariétale de l'éprouvette sur les températures initiales limites T_i et T_s.</u>	136
III. <u>Recherche des conditions optimales de trempe</u>	138

<u>CONCLUSIONS GENERALES</u>	157
------------------------------	-----

BIBLIOGRAPHIE

NOM de l'Etudiant : BECK Gérard

Nature de la Thèse : Doctorat ès Sciences Physiques

Vu, Approuvé
et Permis d'Imprimer

NANCY, le

Le Doyen,

J. AUBRY

DEUXIEME THESE

Proposition donnée par la Faculté :

ELABORATION ET PURIFICATION DE L'INDIUM

NOM de l'Etudiant : BECK Gérard

Nature de la Thèse : Doctorat ès Sciences Physiques

Vu, Approuvé
et Permis d'Imprimer

NANCY, le

Le Doyen,

J. AUBRY

DEUXIEME THESE

Proposition donnée par la Faculté :

ELABORATION ET PURIFICATION DE L'INDIUM

Cet exemplaire est imprimé
à des fins particulières et
ne peut en aucun cas être
vendu.

Achevé d'imprimer le 12 Avril 1968
au Service de Documentation du
Laboratoire de Métallurgie et Chimie
du Solide associé au CNRS sous n° 26
Parc de Saurupt NANCY

Dépôt légal n° 2 Faculté des Sciences, Editeur
2^{ème} trimestre 1968

